



República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria
e do Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(21) PI 1101492-0 A2



* B R P I 1 1 0 1 4 9 2 A 2 *

(22) Data de Depósito: 11/04/2011
(43) Data da Publicação: 18/06/2013
(RPI 2215)

(51) Int.Cl.:
C08L 23/00
C08K 3/34

(54) Título: PROCESSO PARA O PREPARO DE NANOCOMPÓSITO DE ALUMINOSSILICATOS NANOTUBULARES E PRODUTO

(73) Titular(es): Universidade Federal do Rio Grande do Sul

(72) Inventor(es): Mauro Alfredo Soto Oviedo, Raquel dos Santos Mauler, Renan Demori

(57) Resumo: PROCESSO PARA O PREPARO DE NANOCOMPÓSITO DE ALUMINOSSILICATOS NANOTUBULARES E PRODUTO. A presente invenção descreve um processo de obtenção de nanocompósitos de polímero e nanotubos de haloisita, um argilomineral aluminossilicato do grupo do caulim, assim como, o nanocompósito obtido através do referido processo. Mais especificamente, a presente invenção descreve um processo de obtenção de nanocompósitos bem como, possíveis formulações destes nanocompósitos, as quais promovem uma dispersão mais eficiente das partículas da haloisita na matriz polimérica, resultando em um produto com excelentes propriedades mecânicas e térmicas.

Relatório Descritivo de Patente de Invenção

“PROCESSO PARA O PREPARO DE NANOCOMPÓSITO DE ALUMINOSSILICATOS NANOTUBULARES E PRODUTO”

5 **Campo Técnico**

A presente invenção descreve um processo de obtenção de nanocompósitos de polímero e nanotubos de haloisita, um argilomineral aluminossilicato do grupo do caulim, assim como, o nanocompósito obtido através do referido processo. Mais especificamente, a presente invenção
10 descreve um processo de obtenção de nanocompósitos bem como, possíveis formulações destes nanocompósitos, as quais promovem uma dispersão mais eficiente das partículas da haloisita na matriz polimérica, resultando em um produto com excelentes propriedades mecânicas e térmicas.

Estado da Técnica

15 A nanotecnologia representa uma disciplina atual e em grande desenvolvimento em busca de materiais de melhor desempenho e valor agregado. Um de seus campos de aplicação e de elevado impacto tecnológico consiste na preparação de materiais, comumente denominados nanocompósitos, nos quais a interação entre os componentes ocorre em
20 escala nanométrica ou molecular.

Os nanocompósitos são materiais híbridos em que um dos componentes serve de matriz, onde encontram-se dispersas as partículas do segundo componente, de natureza orgânica ou inorgânica e de dimensões nanométricas, comumente chamadas de nanopartículas ou nanocargas.

Os materiais assim obtidos apresentam propriedades diferenciadas, encontrando aplicação nas mais diversas áreas tecnológicas, tais como catálise, na indústria farmacêutica e alimentícia, eletrônica, automobilística, dispositivos magnéticos, tintas e revestimentos, etc.

5 Neste sentido, observa-se que a incorporação de cargas inorgânicas nanométricas em matrizes poliméricas promove um aumento na resistência mecânica, dureza e estabilidade térmica dos polímeros, bem como melhora nas suas propriedades de barreira e de retardo de chama, como resultado da sinergia existente entre os diferentes componentes empregados.

10 Os estudos da preparação e caracterização dos nanocompósitos e as interações e efeitos que ocorrem a nível molecular têm sido explorados na tentativa de se obter materiais aperfeiçoados e melhor orientados para a aplicação a que se destinam.

Conforme a aplicação pretendida, podem ser empregados diversos
15 tipos de cargas que diferem entre si, por exemplo, nas propriedades morfológicas, na resistência térmica ou na reatividade química. Entre as cargas mais comumente utilizadas em nanocompósitos de matriz polimérica encontram-se os argilominerais, os carbonatos, os sulfatos, os aluminossilicatos e os óxidos metálicos.

20 As partículas de dimensões nanométricas são geralmente hidrofílicas e, antes de serem dispersas na matriz polimérica, usualmente de caráter hidrofóbico, precisam ser modificadas para que se tornem compatíveis com os polímeros.

Para aumentar a compatibilidade química entre as cargas inorgânicas e a matriz polimérica, a fim de promover uma maior dispersão dos argilominerais, a utilização de agentes capazes de interagir quimicamente com a estrutura dos argilominerais e na matriz polimérica simultaneamente é uma das estratégias mais comum e viável comercialmente. Isso leva a uma maior interação entre a superfície do argilomineral com a cadeia polimérica. Neste sentido, poliolefinas modificadas com grupos polares e tensoativos não iônicos são usados como agentes compatibilizadores em composições de polímeros de olefina contendo nanocargas. Poliolefinas modificadas com grupos polares e tensoativos não iônicos serão doravante denominados de agentes compatibilizadores.

Para que ocorra a adequada mistura entre as nanopartículas e a matriz polimérica do compósito procura-se obter o nível máximo de desagregação e dispersão dos aluminossilicatos na matriz polimérica.

O documento US 2007/0106006, por exemplo, traz de forma detalhada a descrição do aluminossilicato do grupo do caulim, a haloisita, bem como sua utilização em nanocompósitos de matriz polimérica. Em particular este documento traz a utilização de polipropileno graftizado com anidrido maleico na fabricação dos nanocompósitos. A haloisita foi utilizada como recebida do fabricante e também foi previamente modificada. A mistura com polímero ocorreu no estado fundido em uma extrusora dupla rosca com rotação de 100 rpm seguido de secagem e moldagem por injeção para fabricação dos corpos de prova para os ensaios mecânicos. Os polímeros utilizados foram o polipropileno (PP) e a poliamida 6 (PA6). Como resultado dos nanocompósitos de PA6, utilizando a haloisita sem modificação, houve aumento no valor de

módulo elástico de 26% bem como redução na elasticidade do nanocompósito de 86% (valor da elongação à ruptura). Por sua vez, a adição de HNT modificada nos nanocompósitos de PA6, ocorreu aumento de 53% no módulo elástico bem como redução na elongação à ruptura de 32%. Já os resultados com o PP mostraram que não houve melhora significativa nas propriedades mecânicas, apenas aumento de 6% na temperatura de degradação térmica, medida realizada por análise termogravimétrica (TGA). A adição de PP-g-MA no nanocompósito melhorou a estabilidade térmica, mostrando aumento da mesma de 13%. O autor concluiu que utilizar agente funcionalizante melhorou a interação com a matriz de PP.

Por sua vez, o documento US 2006/0252870, refere-se a um método de preparação de nanocompósitos de matriz de poliolefina que apresenta maior eficiência na dispersão da nanocarga na matriz utilizando a mistura entre a nanocarga, o monômero e o peróxido em um único processo de mistura aplicado diretamente na alimentação da extrusora, ocorrendo a homogeneização da mesma no estado fundido em extrusora dupla rosca com temperatura de processamento de 200°C. O autor refere-se às nanocargas de argilas utilizadas em polímeros, incluindo a haloisita. O autor apenas descreve um método para aumento da dispersão da nanocarga na matriz em apenas um passo, obtendo a formulação sendo um concentrado de argila no polímero, um *masterbatch*. O autor não compara os resultados dos nanocompósitos com o PP branco, apenas avalia o resultado da adição de compatibilizante na mistura. O autor verificou que a adição de compatibilizante apresenta um leve aumento na rigidez da matriz, sendo este aumento de 2,6% no valor de módulo de

flexão. Os demais resultados medidos para os resultados neste documento não apresentaram resultados superiores.

No estado da técnica, foram encontrados alguns documentos de patentes e publicações científicas descrevendo o uso de aluminossilicatos tubulares no preparo de nanocompósitos, porém nenhum documento se refere ao uso de nanotubos de haloisita no preparo dos mesmos utilizando tensoativos não iônicos com surpreendente sinergia nos resultados de tenacidade sem a perda rigidez da matriz polimérica.

Sumário da Invenção

10 A presente invenção descreve um processo de obtenção de nanocompósitos de polímero e nanotubos de haloisita, um argilomineral aluminossilicato do grupo do caulim, assim como, o nanocompósito obtido através do referido processo. Mais especificamente, a presente invenção descreve um processo de obtenção de nanocompósitos bem como possíveis
15 formulações destes nanocompósitos, as quais promovem uma dispersão mais eficiente das partículas da haloisita na matriz polimérica, resultando em um produto com excelentes propriedades mecânicas e térmicas.

Descrição da Figura

O relatório é complementado pela Figura 1, que apresenta um
20 fluxograma representativo das etapas constituintes do processo aqui descrito e reivindicado.

Descrição Detalhada da Invenção

O processo de obtenção dos nanocompósitos da presente invenção compreende as etapas de:

a) Mistura manual da poliolefina, antioxidante, e/ou o tensoativo e/ou o polybond e a haloisita;

b) alimentação do dosador da extrusora com a mistura obtida na etapa a;

5 c) peletização.

A quantidade de agentes compatibilizadores, tal como o polipropileno enxertado com anidrido maleico e/ou tensoativos, deve idealmente variar na proporção entre 0,5:1 - 2:1 em partes por cem (pcr) de haloisita, preferencialmente entre 2:1 em pcr, com a proporção entre a massa total da haloisita adicionada e o tensoativo (haloisita:tensoativo). A poliolefina compreende polietileno e seus copolímeros ou polipropileno e seus copolímeros.

10

O antioxidante utilizado na preparação da mistura é constituído de uma mistura de 2:1 em massa de um fosfito e de um antioxidante fenólico.

Agentes compatibilizadores, tais como os tensoativos, adicionado à mistura, na presente invenção, possuem característica polar e natureza não iônica. Possuem base química de amina graxa etoxilada apresentando característica umectante com pH entre 9-10,5, teor de água na faixa de 3-4 % em massa e aminas totais na faixa de 39-48 mg KOH/g; ou com base de álcool alcoxilado com característica emulsionante e dispersante, solúvel em água, solventes aromáticos, álcoois leves e éteres; ou a base de alquifenol etoxilado e propoxilado solúvel em água.

15

20

Agente compatibilizador, tal como o polipropileno enxertado com anidrido maleico, é opcionalmente misturado na composição para aumentar a compatibilidade química da matriz polimérica com as partículas de haloisita, na

proporção de 0 a 30 pcr, preferencialmente 0 a 15 pcr em peso, com base na massa total da haloisita e agente compatibilizante na mistura.

Os nanotubos de haloisita empregados no preparo do nanocompósito da presente invenção consistem em um aluminossilicato natural não modificado e não purificado ou sintético e modificado, purificado ou não. O processo da presente invenção permite o uso da haloisita em diversas faixas de granulometria, uma vez que o processo da presente invenção é capaz de desagregar e dispersar as partículas da haloisita a nível nanométrico. Entende-se por partículas nanométricas aquelas que possuem dimensões com ordem de grandeza na faixa de 10^{-9} m.

A haloisita deve ser utilizada em proporções tais que resulte em um teor na faixa de 0,2 a 10% em massa, preferencialmente 0,5 a 7% em massa, com base no peso total do nanocompósito final obtido.

O processo de mistura ocorre em extrusora dupla-rosca no estado fundido, utilizando temperatura de processamento da poliolefina para que o polímero se mantenha no estado fundido.

A mistura sai da extrusora e passa por um peletizador, essa mistura que sai do peletizador caracteriza um nanocompósito de aluminossilicato nanotubular.

Para permitir uma melhor compreensão da presente invenção e demonstrar claramente os avanços técnicos obtidos, são apresentados abaixo exemplos, não limitantes, da metodologia de obtenção dos nanocompósitos e exemplos das características físicas dos próprios nanocompósitos obtidos.

Exemplos 1 - 21

O homopolímero de propileno (ou copolímero heterofásico de propileno) foi misturado fisicamente a 25°C com antioxidante Irganox B215, com a haloisita, e/ou o agente compatibilizador como o tensoativo ou o polipropileno enxertado com anidrido maleico. Os ingredientes foram
5 misturados manualmente.

Essa mistura foi processada em extrusora de rosca dupla co-rotatória Coperion modelo ZSK18K38 com diâmetro de 18 mm e L/D = 44. O perfil de temperatura de processamento foi de 190 °C, com rotação das roscas de 350 rpm com torque na extrusora de 70% do torque máximo da mesma. Após a
10 extrusão, o material foi peletizado, para posterior injeção.

As propriedades mecânicas dos nanocompósitos preparados nos Exemplos e Exemplos Comparativos foram avaliadas a partir de corpos de prova injetados e seguindo-se as seguintes normas/ metodologias:

- Rigidez: A rigidez do nanocompósito foi avaliada medindo-se o Módulo de Tração de acordo com o método ASTM D-638 utilizando extensômetro com deformação de 25 mm.
15
- Resistência ao impacto: A resistência ao impacto Izod foi medida conforme o método ASTM D-256 a 23°C.
- Tração: o ponto de ruptura e a tensão no ponto máximo foram medidos de acordo com o método ASTM D-638.
20
- A temperatura de deflexão térmica (HDT) do PP e dos nanocompósitos foram determinados por DMA, operando no modo "*three-point bending*" de acordo com a norma ASTM

D 648 com tensão de 1,82 MPa e taxa de aquecimento de 2°C/min.

As propriedades térmicas dos nanocompósitos obtidos foram determinadas por calorimetria diferencial de varredura efetuada em um sistema Thermal Analysis Instruments (DSC), utilizando-se as seguintes condições: as amostras foram submetidas a aquecimento de 30°C até 200°C a uma velocidade de aquecimento de 10°C/min. Na temperatura desejada, foi mantida por 5 minutos e resfriadas até 30°C, na mesma taxa, sob atmosfera de nitrogênio. O ciclo foi repetido e os valores de temperatura de fusão (T_m), temperatura de cristalização (T_c) e o teor de cristalinidade (X_c) foram obtidos no segundo ciclo. Para o cálculo de teor de cristalinidade, foi utilizado como referência o valor do PP 100% cristalino de 190 J/g.

A estabilidade térmica dos nanocompósitos foi avaliada por termogravimetria realizada em um aparelho T.A modelo QA 50. As amostras foram submetidas a aquecimento de 30°C (equilíbrio por 5 minutos) até 800°C a uma velocidade de aquecimento de 20°C/min sob atmosfera de nitrogênio. Neste ensaio utilizou-se a terminologia nos resultados de $T_{10\%}$ e $T_{50\%}$ para a temperatura na qual ocorreu 10% de degradação térmica e temperatura na qual ocorreu 50% de degradação térmica, respectivamente, da parcela da amostra que foi avaliada durante a análise.

Os resultados dos testes acima referidos são mostrados na TABELAS 1, 2 e 3.

Os componentes mencionados nas referidas Tabelas correspondem aos seguintes produtos:

PP: Homopolímero de propileno na forma de grânulos porosos e índice de fluidez de 3,5g/10min;

Haloisita: argila natural do grupo do caulim com área superficial de 64 m²/g e densidade de 2,53 g/cm³ (Fornecedor: Sigma Aldrich).

5 Tensoativo não iônico: Agente compatibilizante - a base de amina graxa etoxilada, com pH de 9 e aminas totais de 39-48 mg KOH/g.

Tensoativo não iônico: Agente compatibilizante - a base de álcool alcoxilado.

10 Tensoativo não iônico: Agente compatibilizante - a base de alquifenol etoxilado e propoxilado.

Polybond 3150: Agente compatibilizante - Polipropileno enxertado com anidrido maleico, com índice de fluidez de 50,0g/10min e teor de anidrido maleico de 0,5% em massa.

15 Polybond 3002: Agente compatibilizante - Polipropileno enxertado com anidrido maleico, com índice de fluidez de 7g/10min e teor de anidrido maleico de 0,2% em massa.

TABELA 1

| Composições | Amostras | | | | |
|-------------------------------|----------|------|------|------|------|
| | Branco | 1 | 2 | 3 | 4 |
| PP (pcr) | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |
| Haloisita (pcr) | 0 | 1 | 3 | 5 | 7 |
| Propriedades Mecânicas | | | | | |
| Módulo Elástico (MPa) | 1534 | 1766 | 1972 | 1925 | 2074 |
| Deformação na ruptura (%) | 203 | 136 | 115 | 76 | 78 |
| Tensão Máxima (MPa) | 32 | 35 | 36 | 35 | 35 |
| Impacto Izod 23°C (J/m) | 35 | 36 | 38 | 44 | 38 |
| Propriedades Térmicas | | | | | |
| T _m (°C) | 170 | 166 | 167 | 166 | 166 |
| T _c (°C) | 119 | 123 | 126 | 127 | 127 |
| X _c (%) | 63 | 52 | 37 | 52 | 52 |
| ΔH fusão(J/g) | 119 | 107 | 76 | 105 | 102 |
| HDT (°C) | 39 | 43 | 47 | 52 | 57 |
| Termogravimetria | | | | | |
| T _{10%} (°C) | 375 | 423 | 458 | 357 | 371 |
| T _{50%} (°C) | 432 | 480 | 492 | 425 | 443 |

TABELA 2

| Composições | Amostras | | | | | | | | | |
|-------------------------------|----------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| | Branco | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 |
| PP (pcr) | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |
| Haloisita (pcr) | - | 3 | 3 | 5 | 5 | 3 | 3 | 5 | 3 | 5 |
| Alquifenol Olefínico | - | 1,5 | 6 | 2,5 | 10 | - | - | - | - | - |
| Amina Olefínica | - | - | - | - | - | 1,5 | 6 | 2,5 | - | - |
| Álcool | - | - | - | - | - | - | - | - | 1,5 | 2,5 |
| Propriedades Mecânicas | | | | | | | | | | |
| Módulo Elástico (MPa) | 1534 | 1904 | 1953 | 1996 | 1680 | 1929 | 1909 | 1931 | 2040 | 2099 |
| Deformação na ruptura (%) | 203 | 222 | 210 | 151 | 360 | 160 | 180 | 222 | 192 | 224 |
| Tensão Máxima (MPa) | 32 | 32 | 28 | 31 | 26 | 31 | 28 | 30 | 31 | 30 |
| Impacto Izod 23°C (J/m) | 35 | 33 | 54 | 34 | 60 | 32 | 50 | 34 | 30 | 41 |
| Propriedades Térmicas | | | | | | | | | | |
| T _m (°C) | 170 | 166 | 164 | 165 | 162 | 164 | 164 | 165 | 164 | 165 |
| T _c (°C) | 119 | 124 | 117 | 124 | 116 | 116 | 119 | 121 | 126 | 124 |
| X _c (%) | 63 | 64 | 65 | 66 | 63 | 64 | 63 | 64 | 60 | 60 |
| ΔH fusão(J/g) | 119 | 118 | 120 | 119 | 115 | 118 | 117 | 117 | 112 | 110 |
| HDT (°C) | 39 | 45 | 44 | 48 | 43 | 45 | 46 | 45 | 47 | 48 |
| Termogravimetria | | | | | | | | | | |
| T _{10%} (°C) | 375 | 376 | 378 | 398 | 336 | 369 | 366 | 402 | 384 | 387 |
| T _{50%} (°C) | 432 | 444 | 456 | 467 | 417 | 438 | 427 | 464 | 455 | 452 |

TABELA 3

| Composições | Amostras | | | | | | | | |
|---------------------------|----------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| | Branco | 14 | 15 | 16 | 17 | 18 | 19 | 20 | 21 |
| PP (pcr) | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |
| Haloisita (pcr) | - | 3 | 5 | 3 | 3 | 3 | 5 | 5 | 5 |
| Polybond 3002 (pcr) | - | 6 | 2,5 | - | - | - | - | - | - |
| Poybond 3150 (pcr) | - | - | - | 1,5 | 3 | 6 | 2,5 | 5 | 10 |
| Propriedades Mecânicas | | | | | | | | | |
| Módulo Elástico (MPa) | 1534 | 1893 | 2202 | 1972 | 1981 | 2089 | 2087 | 1858 | 2089 |
| Deformação na ruptura (%) | 203 | 99 | 90 | 93 | 129 | 92 | 99 | 73 | 92 |
| Tensão Máxima (MPa) | 32 | 33 | 32 | 34 | 34 | 34 | 34 | 34 | 34 |
| Impacto Izod (23°C) J/m | 35 | 41 | 36 | 32 | 31 | 31 | 23 | 27 | 32 |
| Propriedades Térmicas | | | | | | | | | |
| T _m (°C) | 170 | 165 | 165 | 171 | 172 | 165 | 165 | 170 | 170 |
| T _c (°C) | 119 | 124 | 125 | 131 | 129 | 121 | 124 | 130 | 128 |
| X _c (%) | 63 | 51 | 53 | 64 | 65 | 50 | 56 | 68 | 66 |
| ΔH _{fusão} (J/g) | 119 | 104 | 106 | 130 | 132 | 102 | 112 | 136 | 131 |
| HDT (°C) | 39 | 54 | 53 | 56 | 56 | 53 | 56 | 56 | 54 |
| Termogravometria | | | | | | | | | |
| T _{10%} (°C) | 375 | 369 | 412 | 385 | 389 | 395 | 420 | 378 | 391 |
| T _{50%} (°C) | 432 | 430 | 472 | 443 | 455 | 458 | 484 | 437 | 453 |

Primeiramente, pela análise das Tabelas 1 2 e 3, é possível observar que todas as amostras dos nanocompósitos preparados de acordo com a presente invenção apresentaram propriedades claramente superiores ao homopolímero processado na amostra “branco” inicial, aumento das propriedades mecânicas e aumento no valor de HDT.

Comparando as amostras com diferentes teores de HNT incorporado na presente invenção, correspondendo aos Exemplos 1, 2, 3 e 4 comparado ao Exemplo Branco. O aumento no valor de módulo foi claramente visto e calculado e pode ser expressado em porcentagem de 15,1%, 28,5% e 25,4% para as amostras 1, 2 e 3 pcr, respectivamente. A amostra 4, com a incorporação de 7 pcr de HNT, ocorreu um aumento de 35,2%.

O aumento nos valores de HDT mostrara-se considerável quando comparado ao Exemplo Branco. Os valores de aumento, em porcentagem, foram de 10, 20, 32 e 46% para os Exemplos 1, 2, 3 e 4, respectivamente. A adição de PP-g-MA mostrou também bons resultados, como pode ser visto nos Exemplos de 14 a 21 na Tabela 3, o qual ocorreu aumento superior a 40% com a adição de 3 ou 5 pcr de HNT, permanecendo superior ao valor encontrado para o Exemplo Branco. O valor de HDT medido para as amostras de 5 a 13 também apresentaram aumento sendo um aumento mínimo de 10% e máximo de 23% para as amostras 6 e 12 respectivamente desta invenção.

O resultado mostrado nos Exemplos 1, 2, 3 e 4, referentes a Tabela 1, ocorreu aumento no valor de resistência ao impacto e comparação com a amostra Branco. O Exemplo 3 aumentou 28,1% o resultado de Impacto em relação a amostra Branco.

A utilização de tensoativos nas amostras apresenta-se na Tabela 2. Como resultado pode ser claramente visto que ocorreu aumento no valor de módulo elástico. Ocorreu aumento no com valor mínimo de 8% para a amostra 8, sendo o maior aumento medido no valor de 36% para a amostra 13. As demais amostras de 9 a 12 também mostraram aumento no valor de módulo elástico.

De forma geral, a utilização de tensoativos não iônicos aumenta levemente a flexibilidade e elasticidade da matriz, como pode ser visualizado nos resultados mostrados nesta invenção e descritos na Tabela 2.

A utilização de tensoativos não iônicos na formulação apresenta maior performance na fabricação nos nanocompósitos, como pode ser visto pelos resultados nos exemplos comparativos.

A análise de DSC mostrou que a HNT não modifica a processabilidade da matriz, considerando os valores de temperatura de fusão para todas as amostras nesta presente invenção. Os valores de temperatura de cristalização mostram-se levemente maiores o qual está associado ao efeito nucleação heterogênea da HNT, portanto a HNT atua a melhorar a velocidade de cristalização da matriz polimérica sem alterar seu grau de cristalinidade, para todas as amostras desta invenção.

A utilização de tensoativos na matriz modificaram a temperatura de fusão das amostras, como pode ser visualizados nos resultados da Tabela 2, os quais mostraram leve redução no valor de temperatura de fusão quando comparados à amostra Branco inicial desta invenção.

Com base na análise termogravimétrica, não houve perda na estabilidade térmica dos nanocompositos em relação a amostra branco inicial. Como pode ser visto na Tabela 1, as amostras 1 e 2 tiveram aumento na estabilidade térmica T10% de 12 e 22% e T50% de 28 e 31%, respectivamente. A adição de PP-g-MA, amostras da tabela 3 mostraram aumento na mesma proporção. Já as amostras com adição de tensoativo na formulação, Tabela 2, mostraram que o tensoativo não altera o comportamento de degradação do nanocompósito. Para a amostra 7 ocorreu aumento de 6 e 8% no valor de T10% T50%, respectivamente.

Embora a invenção tenha sido descrita com base em exemplos, fica entendido que modificações poderão ser introduzidas por técnicos no assunto, permanecendo dentro dos limites do conceito inventivo.

Reivindicações

1. PROCESSO PARA O PREPARO DE NANOCOMPÓSITO DE ALUMINOSSILICATOS NANOTUBULARES, caracterizado pelo fato de compreender as etapas de:

- 5 a) Mistura manual dos agentes compatibilizadores: poliolefina, antioxidante, e/ou o tensoativo e/ou o polybond e a haloisita;
- b) alimentação do dosador da extrusora com a mistura obtida na etapa a;
- c) peletização.

10 2. PROCESSO PARA O PREPARO DE NANOCOMPÓSITO DE ALUMINOSSILICATOS NANOTUBULARES, de acordo com a reivindicação 1 item a), caracterizado pela quantidade de agentes compatibilizadores variar na proporção entre 0,5:1 - 2:1 em partes por cem de haloisita.

15 3. PROCESSO PARA O PREPARO DE NANOCOMPÓSITO DE ALUMINOSSILICATOS NANOTUBULARES, de acordo com a reivindicação 2, caracterizado pela faixa de concentração de agentes compatibilizadores compreender, preferencialmente, 2:1 em pcr, com a proporção entre a massa total da haloisita adicionada e o tensoativo (haloisita:tensoativo).

20 4. PROCESSO PARA O PREPARO DE NANOCOMPÓSITO DE ALUMINOSSILICATOS NANOTUBULARES, de acordo com a reivindicação 1 item a), caracterizado pela poliolefina compreender polietileno e seus copolímeros ou polipropileno e seus copolímeros.

5. PROCESSO PARA O PREPARO DE NANOCOMPÓSITO DE ALUMINOSSILICATOS NANOTUBULARES, de acordo com a reivindicação 1

item a), caracterizado pela concentração do antioxidante compreender 200 ppm em relação a massa do polipropileno.

6. PROCESSO PARA O PREPARO DE NANOCOMPÓSITO DE ALUMINOSSILICATOS NANOTUBULARES, de acordo com as reivindicações 5 1-3, caracterizado pelo tensoativo adicionado à haloisita possuir característica polar e natureza não iônica com base química de amina graxa etoxilada, ou com base de álcool alcoxilado, ou a base de alquifenol etoxilado e propoxilado, utilizados em separado ou em conjunto em quaisquer proporções.

7. PROCESSO PARA O PREPARO DE NANOCOMPÓSITO DE 10 ALUMINOSSILICATOS NANOTUBULARES, de acordo com a reivindicações 1-3, caracterizado pelo polybond ser polar e apresentar variação no teor do modificador anidrido maleico e apresentar viscosidade variável.

8. PROCESSO PARA O PREPARO DE NANOCOMPÓSITO DE ALUMINOSSILICATOS NANOTUBULARES, de acordo com a reivindicação 1 15 etapa a), caracterizado pelos nanotubos de haloisita consistirem em um aluminossilicato natural não modificado e não purificado ou sintético e modificado, purificado ou não.

9. PROCESSO PARA O PREPARO DE NANOCOMPÓSITO DE ALUMINOSSILICATOS NANOTUBULARES, de acordo com a reivindicação 8, 20 caracterizado pela haloisita poder ser utilizada em quaisquer faixa de granulometria.

10. PROCESSO PARA O PREPARO DE NANOCOMPÓSITO DE ALUMINOSSILICATOS NANOTUBULARES, de acordo com a reivindicação 8 e 9, caracterizado pela haloisita ser utilizada em proporções tais que resulte em um

teor na faixa de 0,2 a 30% em peso, preferencialmente 0,5 a 7% em peso, com base no peso total do nanocompósito final obtido.

11. PROCESSO PARA O PREPARO DE NANOCOMPÓSITO DE ALUMINOSSILICATOS NANOTUBULARES, de acordo com a reivindicação 1,
5 caracterizado pela mistura ocorrer em extrusora dupla-rosca no estado fundido, utilizando temperatura de processamento da poliolefina para que o polímero se mantenha no estado fundido.

12. PRODUTO, caracterizado por ser obtido pelo referido processo das reivindicações 1-11 da presente patente.

Figura

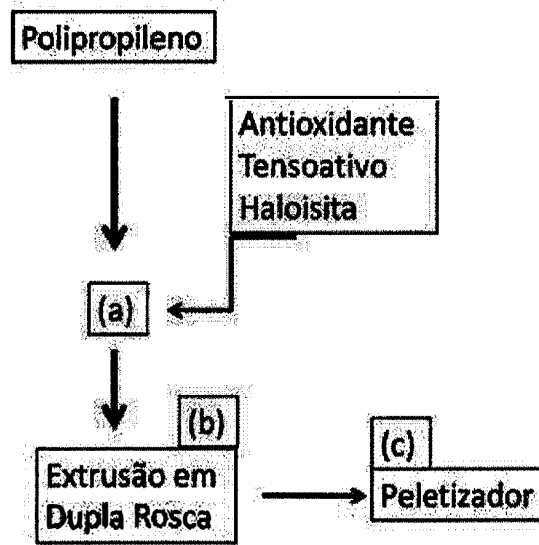


Figura 1

Resumo

“PROCESSO PARA O PREPARO DE NANOCOMPÓSITO DE ALUMINOSSILICATOS NANOTUBULARES E PRODUTO”

A presente invenção descreve um processo de obtenção de nanocompósitos de polímero e nanotubos de haloisita, um argilomineral aluminossilicato do grupo do caulim, assim como, o nanocompósito obtido através do referido processo. Mais especificamente, a presente invenção descreve um processo de obtenção de nanocompósitos bem como, possíveis formulações destes nanocompósitos, as quais promovem uma dispersão mais eficiente das partículas da haloisita na matriz polimérica, resultando em um produto com excelentes propriedades mecânicas e térmicas.