



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

(21) PI 0719175-8 A2



(22) Data de Depósito: 10/10/2007
(43) Data da Publicação: 22/04/2014
(RPI 2259)

(51) Int.Cl.:
C08F 255/02
C08L 51/06
C08F 2/00

(54) Título: COMPATIBILIZADORES PARA PRODUZIR **(57) Resumo:**
NANOCOMPÓSITOS, MICROCOMPÓSITOS E
MISTURAS DE POLÍMERO E PROCESSO PARA
OBTENÇÃO DO MESMO

(30) Prioridade Unionista: 11/10/2006 CL 2729-2006

(73) Titular(es): Universidad de Chile

(72) Inventor(es): Edwin Alexander Moncada Acevedo, Mehrdad
Yazdani-Pedram, Patricio Toro Estay, RAUL QUIJADA ABARCA

(74) Procurador(es): Orlando de Souza

(86) Pedido Internacional: PCT IB2007003008 de 10/10/2007

(87) Publicação Internacional: WO 2008/044121 de
17/04/2008

**COMPATIBILIZADORES PARA PRODUZIR NANOCOMPÓSITOS,
MICROCOMPÓSITOS E MISTURAS DE POLÍMERO E PROCESSO PARA
OBTENÇÃO DISSO**

FINALIDADE DA INVENÇÃO

5 A presente invenção compreende novos
compatibilizadores a serem usados para obtenção de
materiais denominados nanocompósitos, microcompósitos, e
misturas de polímero de poliolefinas, e inclui o processo
para obtenção de tais compatibilizadores. Aqueles
10 compatibilizadores são obtidos dos monômeros dos compostos
orgânicos ácido itacônico (ITA) ou seu derivado de
itaconato de monooctadecila (MODIT). Os compatibilizadores
são poliolefinas enxertadas com estes monômeros, que são
caracterizadas por possuírem grupos funcionais com um
15 caráter hidrófilo e uma estrutura polimérica com um caráter
hidrófobo. Os compatibilizadores desta invenção são
caracterizados por possuírem graus controlados de enxerto
destes monômeros, e podem ser usados de forma ótima de
acordo com sua aplicação. Por exemplo, os
20 compatibilizadores desta invenção permitem que argilas
modificadas sejam dispersas nas matrizes de poliolefina
para formar nanocompósitos de argila, bem como a preparação
de microcompósitos facilitando a dispersão das
micropartículas polares nas poliolefinas e também a
25 produção de misturas de poliolefina e elastômero,
aperfeiçoando a interação entre poliolefinas e elastômeros.
Com a presente invenção podem ser obtidos os
nanocompósitos, microcompósitos e misturas de poliolefina
da presente invenção, os quais são caracterizados por um
30 comportamento mecânico e térmico aperfeiçoado em comparação

aquele dos nanocompósitos, microcompósitos e misturas de poliolefina que utilizam compatibilizadores, tais como, poliolefinas enxertadas com anidrido maléico. Os nanocompósitos, microcompósitos ou misturas obtidos desta
5 invenção podem ser usados em todos os campos e aplicações que requerem os mesmos, tais como, nos campos de automóveis, eletrônica, embalagem, têxteis e de construção, entre outros.

CAMPO TÉCNICO

10 As poliolefinas como polietileno e polipropileno permitem a fabricação de uma variedade de produtos moldados ou injetados acabados, tubos, películas finas e fibras que possuem excelentes propriedades química, física e mecânica. Estas poliolefinas, contudo, possuem desvantagens que
15 restringem consideravelmente suas aplicações. Por exemplo, se uma poliolefina for usada como um plástico estrutural, ela pode ser inadequada para aquela finalidade em razão de sua resistência mecânica, estabilidade dimensional e resistência insuficientes às mudanças de temperatura. Com a
20 finalidade de reforçar estas propriedades, a incorporação de materiais de reforço, tais como, fibras de vidro ou de um reforço inorgânico na poliolefina pode aperfeiçoar suas propriedades. Este procedimento, contudo, é insuficiente para prover reforço eficaz, uma vez que a adesão entre o
25 reforço e a poliolefina não é forte. Por esta razão, existem procedimentos alternativos que foram implementados para reforçar as poliolefinas, tais como, por exemplo, o uso de copolímeros de bloco ou copolímeros de enxerto que contêm grupos polares como compatibilizadores, os quais são
30 aplicados para aperfeiçoar a adesão do reforço com a

poliolefinas, assim aperfeiçoando suas propriedades mecânicas.

Os materiais fabricados de compostos orgânicos e inorgânicos de polímeros e reforços inorgânicos de tamanho nanométrico são materiais inováveis que estão sendo investigados e desenvolvidos correntemente. Estes materiais ou compósitos possuem uma fase dupla na qual pelo menos um deles é disperso em um estado nanométrico ou micrométrico. A compatibilidade entre as duas fases, tal como argila e polímero, por exemplo, é sempre essencial para a boa dispersão. No caso de argilas laminares silíceas, que são hidrófilas e imiscíveis com compostos orgânicos, o espaço entre as folhas é modificado quando um composto orgânico como um sal amônio quaternário é introduzido como um agente de intercalação. Em princípio, o espaço entre as folhas é aumentado pelos agentes de intercalação, e este precisa ser suficientemente largo para facilitar a entrada das moléculas poliméricas de modo a obter um compósito intercalado e/ou esfoliado. No caso da esfoliação, a distância entre as folhas desaparece e as folhas de argila são dispersadas aleatoriamente na matriz polimérica.

Os agentes de intercalação comerciais como as aminas alifáticas protonadas são apropriados para argilas do tipo esméctico como a montmorilonita, que pode ser dispersa em diferentes matrizes poliméricas para obter um nanomaterial composto ou nanocompósito. Aqueles tipos de agentes de intercalação podem aumentar a distância interlamina da argila da ordem de 13 a 18 Å. Assim é possível obter um composto com base em uma matriz polimérica e a argila que é encontrada em algum grau de dispersão, intercalada e/ou

parcial ou totalmente esfoliada.

A Patente Japonesa número 8-22946 aplica o primeiro nanocompósito polimérico inorgânico/orgânico comercial. Este compósito é produzido por dispersão da montmorilonita intercalada com um aminoácido carboxílico ($\text{H}_3\text{N}^+(\text{CH}_2)_{11}\text{COO}^-$) em poli(ϵ -caprolactama) ou Náilon 6. No caso dos polímeros nanopolares como polietileno e polipropileno, os compostos semelhantes aos aminoácidos carboxílicos não permitem dispersão das argilas que são hidrófilas nestes polímeros. Contudo, outros agentes de intercalação para as argilas foram reportados, os quais permitem que a distância interlamilar seja aumentada. Contudo, estes agentes não modificam de forma suficiente a polaridade das argilas. O problema principal, portanto, será a perda de compatibilidade entre a argila hidrófila e o polímero orgânico hidrófobo.

TÉCNICA ANTERIOR

O polipropileno (PP) vêm sendo reconhecido como um dos termoplásticos mais amplamente usado recentemente, em razão de sua alta disponibilidade no mercado, sua ampla faixa de propriedades e seu baixo custo. Apesar de todas estas vantagens, PP possui algumas deficiências para determinadas aplicações, como sua baixa resistência ao impacto em temperaturas baixas, por exemplo. De modo a superar estas deficiências, um dos métodos alternativos é preparar os compósitos ou mistura do polímero com reforços de dimensões micro e/ou nanométricas. O desafio de obter um bom resultado usando este método alternativo se refere à otimização da adesão do material de reforço com a matriz polimérica e isto resulta em um aumento no grau de

dispersão e uma redução no tamanho do reforço, bem como um aumento da interação interfacial entre os componentes da mistura.

Os reforços com base nas partículas, se elas estiverem
5 na faixa de micrômetros ou nanômetros, são caracterizados pelo grau de diferença da razão de superfície para volume. A otimização desta razão é um parâmetro importante quando estas partículas são usadas como agentes de reforço para polímeros. Alguns exemplos são os estudos nos compósitos do
10 sistema SiO_2/PP com micro ou nanopartículas de SiO_2 , onde um aperfeiçoamento leve é obtido nas propriedades mecânicas, tais como, resistência ao impacto e tensão, bem como alongamento em ruptura. Contudo, o uso de PP enxertado com grupos anidrido maléico como compatibilizadores
15 permitiu a eliminação dos aglomerados de sílica no compósito e, portanto, aperfeiçoou suas propriedades mecânicas e a interface de partícula/matriz de PP.

Por outro lado, a pesquisa com relação aos materiais poliméricos com novos perfis de propriedade estimulou o
20 interesse nas misturas de polímero e processos reativos. Recentemente, muitas novas misturas foram desenvolvidas no mercado. Embora algumas delas sejam misturas homogêneas de polímeros, a maioria das misturas comerciais consiste em polímeros imiscíveis e contêm duas ou mais fases
25 poliméricas. Isto se deve à fraca interação polímero-polímero. Suas propriedades dependem da composição, bem como da morfologia e elas podem ser dramaticamente aperfeiçoadas por adição de um compatibilizador adequado e, portanto, elas são incompatíveis e possuem baixa
30 resistência à tensão e impacto. Um compatibilizador eficaz

é obtido, por exemplo, por enxerto de um composto que possui grupos carboxila. Naqueles casos, as variáveis a serem consideradas são concentração do compatibilizador e estratégias de mistura na morfologia das combinações, bem como o efeito de sua morfologia nas propriedades mecânicas e comportamento de cristalização.

Entre os compostos usados mais comumente como matérias-primas para obter a poliolefina e compatibilizadores polares estão os monômeros com um caráter hidrófilo e especificamente os compostos orgânicos mono, di- ou policarboxílicos, além do anidrido maléico mencionado anteriormente, entre outros. O ácido itacônico (ITA) é, portanto, um composto orgânico polar que vem sendo usado como aditivo em combinação com outros compostos orgânicos semelhantes nas formulações de materiais. Contudo, os autores desta invenção reportaram na literatura específica apenas o enxerto específico de ITA com uma poliolefina na solução, isto é, uso de solventes aromáticos. Desta forma, um grau baixo de enxerto de ITA na poliolefina e degradação extensiva da poliolefina são obtidos. Além disso, um uso extensivo de solvente aromático de alto custo e prejudicial é necessário. Pesetskii e outros (J. Appl. Polym. Sci., 86, 64-72:2002) reportaram o enxerto de ITA e metacrilato de glicidila em PP, porém usando um processo mais complexo. Eles obtiveram graus inferiores de enxerto e não informaram a capacidade de reprodução das porcentagens de enxerto obtidas. Eles também concluíram que independente do tipo de peróxido ou monômero usado nas reações de enxerto, uma degradação considerável da poliolefina ocorreu mesmo em concentração de peróxido

baixa, resultando em um aumento significativo do índice de fluxo de fusão de PP.

O ITA ou MODIT nesta invenção foi enxertado de modo controlado nas poliolefinas para a preparação dos compatibilizadores, e o grau de degradação do polímero inicial é também restrito. O uso dos compatibilizadores obtidos na presente invenção para a preparação dos compósitos e misturas de poliolefina compreende, por um lado, um novo procedimento alternativo, e por outro lado eles são usados sozinhos e sem consideração de tratamentos anteriores ou misturas com outros compostos orgânicos semelhantes.

SUMÁRIO

A presente invenção se refere aos compatibilizadores produzidos por reação de enxerto no estado fundido dos compostos orgânicos como os monômeros do ácido itacônico e/ou seu derivado de itaconato de monooctadecila nas poliolefinas, caracterizados por possuírem graus diferentes de enxerto destes monômeros na poliolefina. Também se refere aos processos para:

i) Obtenção destes compatibilizadores com um grau pré-definido (controlado) de enxerto.

ii) Determinação do grau de enxerto do monômero na poliolefina nos compatibilizadores.

iii) Obtenção de nanocompósitos, microcompósitos e misturas de poliolefina empregando esses compatibilizadores. Esses compósitos e misturas são aplicáveis à indústria automotiva, eletrônica, de embalagens, têxtil e de construção entre outras. Os componentes desses compósitos e misturas de poliolefina são

principalmente: i) nanopartículas ou micropartículas de elastômeros; ii) compatibilizadores desta invenção; e iii) antioxidantes. Com a presente invenção pode-se obter nanocompósitos, microcompósitos e misturas de poliolefina usando compatibilizadores desta invenção (poliolefinas enxertadas com monômeros com um grau de enxerto controlado) com um comportamento mecânico e térmico aperfeiçoado com relação aos nanocompósitos, microcompósitos e misturas de poliolefina que usam compostos e compatibilizadores, tais como, poliolefinas enxertadas com anidrido maléico, entre outros.

Para um melhor entendimento da invenção, os termos que se seguem são definidos como:

1. Compatibilizador: um composto orgânico que permite duas ou mais substâncias químicas, tais como, por exemplo, um polímero e micropartículas ou partículas nanométricas se misturarem sem separação.

2. Compósito: um material formado por mais de um componente, tal como um polímero e outro tipo de material, tal como, partículas.

3. Nanocompósito: um material formado por um componente de nanopartículas em um componente macroscópico semelhante a uma matriz polimérica.

4. Microcompósito: um material formado por um componente de micropartículas em um componente macroscópico semelhante a uma matriz polimérica.

5. Poliolefina: compostos com base em homopolímeros de etileno e propileno, bem como copolímeros desses homopolímeros com alfa olefinas.

6. Combinação: uma mistura macroscópica homogênea de

dois ou mais polímeros diferentes.

7. Batelada principal: material formado por um polímero e um aditivo na forma de partícula e cuja composição possui alto teor de aditivos. Assim, este material é uma base para obtenção de outros materiais com concentração mais baixa do mesmo aditivo. Isto é, por exemplo, uma batelada principal do polímero e partículas de argila para obtenção de um polímero e nanocompósito de argila.

8. Polidispersidade: uma indicação do grau de variação e amplitude de uma curva Gaussiana que representa os pesos moleculares de um polímero.

9. Elastômero: o mesmo é frequentemente usado intercambiavelmente com o termo borracha. Elastômero é derivado de dois termos, *elástico* (descrevendo a capacidade de um material de retornar a sua forma original quando uma carga está além) e *mer* (de polímero, quando *poli* significa muitas e *mer* significa partes).

DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO

Especificamente, esta invenção se refere aos compatibilizadores tais como, por exemplo, poliolefina enxertada com o monômero do ácido itacônico (ITA) ou seu derivado de itaconato de monooctadecila (MODIT). Esses compatibilizadores são caracterizados especificamente por possuírem um grau controlado e reproduzível de enxerto do monômero.

A invenção também se refere ao uso desses compatibilizadores de modo a obter nanocompósitos, microcompósitos e misturas de poliolefina, e também descreve o procedimento para obtenção dos mesmos.

Os compatibilizadores são produzidos por meio de um procedimento iniciando na reação de enxerto dos monômeros em uma poliolefina por mistura em fusão e o uso de iniciadores e antioxidantes.

5 Além disso, o processo para obtenção dos nanocompósitos, microcompósitos e misturas de poliolefina usando os compatibilizadores desenvolvidos nesta invenção compreende a dosagem e mistura sequencial dos componentes do nanocompósito ou microcompósito ou combinação, isto é:

10 i) poliolefinas fundidas; ii) nanopartículas ou nanopartículas modificadas ou micropartículas ou elastômeros ou elastômeros modificados; iii) compatibilizadores desta invenção; e iv) antioxidantes, tudo em uma corrente de um gás inerte, tal como,

15 nitrogênio, argônio, hélio, entre outros, seguido por prensagem do material de mistura resultante e finalmente moagem do material prensado.

A presente invenção compreende:

1. Uso de substâncias orgânicas alternativas como

20 compatibilizadores a serem aplicados para obtenção de nanocompósitos, microcompósitos e misturas de polímero.

Essas substâncias orgânicas ou compatibilizadores considerados nesta invenção incluem a preparação de poliolefinas com um caráter polar por meio da incorporação

25 de grupos polares de ITA ou seu derivado MODIT.

Algumas destas substâncias orgânicas alternativas são poliolefinas modificadas com ITA ou seu derivado MODIT incorporado em suas cadeias poliméricas. Isto é, um composto com base em uma poliolefina que contém grupos

30 carboxila polar e/ou éster do ITA ou seu derivado MODIT.

Além disto, estas poliolefinas modificadas desenvolvidas nesta invenção como substâncias orgânicas alternativas, possuem um grau maior de polaridade em relação aos compostos semelhantes, tais como, poliolefinas enxertadas com anidrido maléico (MAA). Também, estas poliolefinas modificadas são caracterizadas por possuírem um grau controlado de enxerto dos monômeros na matriz polimérica. As substâncias orgânicas mais amplamente empregadas são as poliolefinas modificadas com MAA que possuem um grau mais baixo de polaridade que as substâncias orgânicas desenvolvidas nesta invenção.

Adicionalmente, deve ser ressaltado que os compostos considerados nesta invenção usam ITA, que possui a grande vantagem de ser obtido de fontes naturais e renováveis, isto é, eles são obtidos, por exemplo, pela fermentação dos melados, enquanto o anidrido maléico é um produto sintético, não natural.

Especificamente, o monômero de ITA que é usado nesta invenção também encontra outras aplicações no desenvolvimento de alguns materiais com funções específicas devido ao seu caráter hidrófilo, bem como devido a sua reatividade química alta associada aos seus grupos carboxila. Contudo, em todas suas aplicações descritas em vários documentos científicos, bem como nas patentes industriais, ele é usado em conjunto com outros compostos com polaridade semelhante em várias formulações poliméricas, porém não como um compatibilizador.

Por outro lado, o uso do monômero de MODIT não foi reportado ainda na literatura científica ou nas patentes industriais podendo levar à preparação de algum composto ou

material como nas aplicações descritas nesta invenção.

Essas substâncias orgânicas alternativas são então tratadas com poliolefinas para preparação dos compatibilizadores desta invenção.

5 2. Procedimento para obtenção dessas substâncias orgânicas como compatibilizadores, bem como para obtenção de nanocompósitos, microcompósitos e misturas de polímero.

A preparação de substâncias orgânicas, tais como, as poliolefinas polares é realizada por um procedimento
10 semelhante à reação de enxerto dos compostos orgânicos polares, tais como, ITA ou seu derivado MODIT nas poliolefinas. A reação de enxerto compreende um processo no estado fundido entre a poliolefina e o composto orgânico polar em um misturador descontínuo.

15 O procedimento de mistura torna possível a preparação de poliolefinas polares com um grão alto e controlado de enxerto do composto orgânico, por exemplo, ácido itacônico, que corresponde a um procedimento que é diferente do processo que utiliza extrusores especialmente projetados
20 para realizar o mesmo tipo de modificações, como no caso do enxerto de MAA nas poliolefinas.

Além disso, o uso dos extrusores para fabricação das poliolefinas enxertadas com anidrido maléico (PP-g-AMA) tem como consequência a formação de poliolefinas modificadas
25 com um grau baixo de enxerto e altamente degradadas e, portanto, com polaridade mais baixa em comparação ao processo de enxerto de ITA e/ou seus derivados semelhantes ao MODIT nas poliolefinas consideradas nesta invenção.

É necessário ressaltar que o uso de um extrusor no
30 procedimento para a preparação de poliolefinas enxertadas

corresponde a um processo de mistura em fusão mais eficaz, porém a despeito de que produz um grau menor de enxerto, isto é, este processo teria um rendimento baixo para a preparação das poliolefinas modificadas com um alto grau de enxerto semelhante aquele obtido no caso das poliolefinas modificadas desenvolvidas nesta invenção empregando ITA e/ou MODIT em um misturador descontínuo.

No caso da obtenção dos nanocompósitos, esta invenção compreende o uso de argilas híbridas ou argilas modificadas com uma amina, octadecilamina (ODA), por meio de uma reação de troca de ânion, isto é, um procedimento para intercalação na solução. As argilas híbridas são empregadas para obtenção da assim chamada "batelada principal" que consiste na mistura de argila híbrida com a poliolefina, no estado fundido, em conjunto com as poliolefinas modificadas ou compatibilizadores desta invenção, caracterizado pelo fato do grau controlado de enxerto do monômero na poliolefina. O grau de enxerto do compatibilizador é específico para o tipo de argila híbrida ou modificada com o objetivo de preparar um nanocompósito com propriedades mecânicas aperfeiçoadas. Em alguns casos, dependendo da capacidade de troca do cátion da argila, pode ser necessário um compatibilizador com um grau maior ou menor de enxerto. A preparação dos nanocompósito é realizada de modo semelhante ao descrito para a preparação das poliolefinas modificadas, isto é, em um misturador descontínuo. Portanto, o processo compreende a mistura em fusão de uma dada quantidade da batelada principal com a poliolefina que constitui a matriz do nanocompósito. O uso de um misturador descontínuo corresponde a um procedimento

que difere do processo que utiliza extrusores especialmente projetados para preparação deste tipo de nanocompósito.

Por outro lado, o procedimento para obtenção de microcompósitos e misturas de polímero utiliza os compatibilizadores ou poliolefinas polares desenvolvidas nesta invenção. O procedimento para preparação desses microcompósitos também corresponde a um procedimento semelhante aquele para a preparação das poliolefinas polares (compatibilizadores) e nanocompósitos.

Portanto, a invenção compreende procedimentos para obtenção de:

- Compatibilizador com base no polipropileno enxertado com ITA (PP-g-ITA) contendo 0,5-2,0% em peso de ITA (Procedimento 1) e a determinação quantitativa do enxerto real na poliolefina (Procedimento 1a).

- Compatibilizador com base no polipropileno enxertado com MODIT (PP-g-MODIT) contendo 0,5-2,0% em peso de MODIT (Procedimento 2) e a determinação quantitativa do enxerto real na poliolefina (Procedimento 2a).

- Nanocompósitos de argilas modificadas (argilas intercaladas em uma amina semelhante à octadecilamina (ODA)) e compatibilizador de PP-g-ITA ou PP-g-MODIT desta invenção (Procedimento 3).

- Microcompósitos com base nas poliolefinas e compatibilizador de PP-g-ITA ou PP-g-MODIT desta invenção (Procedimento 4).

- Misturas de poliolefina e compatibilizador de PP-g-ITA ou PP-g-MODIT desta invenção (Procedimento 5).

Procedimento 1

Obtenção da poliolefina de compatibilizador enxertada

com ácido itacônico (PP-g-ITA).

O compatibilizador, PP-g-ITA, é a poliolefina enxertada com ácido itacônico, e é utilizado no processo de obtenção de nanocompósitos, microcompósitos e nas misturas de poliolefina. Polipropileno e outras poliolefinas foram usados como compostos com base nos homopolímeros de etileno e propileno, bem como copolímeros daqueles homopolímeros com alfa olefinas.

A preparação do compatibilizador de PP-g-ITA com diferentes graus de enxerto de ITA na poliolefina compreende os estágios que se seguem:

a) Dosagem e mistura, em um misturador descontínuo a 180-190°C durante 10-15 minutos a 75 - 90 rpm sob uma corrente de gás inerte tal como nitrogênio, por exemplo, de:

i) polipropileno (PP) (90-99% em peso);

ii) ácido itacônico (1-5% em peso);

iii) iniciador tal como peróxido de dicumila (0,5-1,0% em peso); e

iv) antioxidantes, tais como, beta-hidroxitolueno ou tetracis(3,5-di-t-butil-4-hidroxifenil-propenoato) de pentaeritritol (Irganox 1010®) e fosfito de tris(2,4-di-t-butilfenila) (Irgafos 168) em uma razão de 2/1 (0,02-0,03% em peso).

b) Pressagem a 4-6 MPa e 60-80°C da massa resultante do misturador descontínuo, de modo a obter placas de 1-2-mm de espessura.

c) Moagem do material prensado obtido no estágio (b) em peças retangulares de cerca de 1 a cerca de 3 mm em cada lado.

Deste material é obtida a folha e/ou película para determinar quantitativamente a porcentagem em peso do enxerto de IA real em PP por análise de infravermelho.

Procedimento 1a

- 5 Determinação do grau de enxerto real de ITA no homopolímero de polipropileno.

O procedimento para quantificação da porcentagem de ITA real no PP consiste na preparação de misturas físicas, no estado fundido, de PP e ITA no equipamento de mistura descontínua sob temperatura, tempo e velocidade de mistura controlados. O índice de carbonila (CI) das misturas com diferentes proporções de ITA em PP foi determinado e o valor médio de CI para cada uma das misturas, quando uma curva de calibração foi obtida, a mesma se referindo ao
10 valor de CI com a porcentagem de enxerto de IA presente na mistura (GITA). Com esta calibração foi possível determinar a porcentagem de enxerto de ITA real em PP. O CI foi definido pela taxa de intensidade das faixas de absorção centradas em 1.712 cm^{-1} e 1.788 cm^{-1} , correspondendo aos
15 grupos de ácido e anidrido de carbonila da molécula de ITA, e a intensidade da faixa de absorção centrada em 1.167 cm^{-1} , que corresponde à faixa de absorção dos grupos CH_3 do PP usada como referência.

Procedimento 2

- 25 Obtenção da poliolefina de compatibilizador enxertada com MODIT (PP-g-MODIT).

O procedimento para obtenção do compatibilizador com base na poliolefina e enxertado com o monômero MODIT é semelhante ao descrito para obtenção do compatibilizador de
30 PP-g-ITA (Procedimento 1), porém no estágio (a) parte (ii)

o monômero ITA é substituído por MODIT.

Procedimento 2a

Determinação do grau de enxerto real de MODIT no homopolímero de polipropileno.

- 5 A determinação do grau de enxerto real de MODIT no homopolímero de polipropileno é semelhante ao descrito para obtenção do grau de enxerto de ITA real no compatibilizador de PP-g-ITA (Procedimento 1a), substituindo o monômero de ITA por MODIT.

10 Procedimento 3

Obtenção de nanocompósitos com base nas argilas modificadas do tipo esméctico (argilas intercaladas com amina ODA) e compatibilizador de PP-g-ITA ou PP-g-MODIT desta invenção.

- 15 Isto compreende os estágios que se seguem:

a) Obtenção da argila híbrida por meio de modificação orgânica da argila de esmectita através da reação de troca de cátion com uma amina, tal como, ODA em um meio de ácido (pH 2,8-3,2, a 25-30°C).

- 20 b) Preparação da batelada principal, que compreende a mistura da argila híbrida do estágio (a) e o compatibilizador de PP-g-ITA ou PP-g-MODIT desta invenção. Esta mistura, que contém a taxa de argila híbrida/compatibilizador de 1/3, é fabricada em um
25 misturador descontínuo a 75-90 rpm, 190-195°C, durante 10-15 minutos em uma corrente de gás inerte, tal como nitrogênio.

- c) Obtenção do nanocompósito por diluição da batelada principal com a poliolefina em um misturador descontínuo no
30 estado fundido e uma composição entre 1-5% de argila

híbrida na poliolefina.

O estágio (a), obtenção da argila híbrida, é realizado de acordo com o procedimento desenvolvido e otimizado como parte desta invenção e aplicável às argilas do tipo esméctico. A argila híbrida corresponde a uma argila com suas camadas em folha mais separadas devido à substituição parcial dos cátions interlaminares da argila por grupos amino de cadeia alifática. Esta separação maior das camadas em folha na argila híbrida foi determinada e verificada por difração de raio x. A substituição dos cátions intercambiáveis da argila é realizada através da reação de troca de cátion, neste caso usando uma amina alifática, semelhante a ODA. A argila é híbrida devido à presença de uma camada de superfície inorgânica de cátions na argila e a camada orgânica corresponde à substituição dos cátions interlaminares na argila por amina alifática. O procedimento para obtenção da argila híbrida compreende a mistura da suspensão aquosa de argila (8-10 g/L) e a solução alcoólica da amina comercial (3,0-3,2 g/L), seguido por seu isolamento por filtração. A otimização deste procedimento envolve a consideração dos parâmetros de mistura das soluções usadas para obtenção da argila híbrida, isto é, tempo (2-3 horas), temperatura de mistura (25-30°C) e pH 2,8-3,2.

O estágio (b), preparação da batelada principal, é realizado em um misturador descontínuo no estado fundido sob temperatura controlada (190-195°C), tempo (10-15 minutos) e agitação (75-90 rpm). Os componentes da batelada principal são: i) argila híbrida, ii) compatibilizador de PP-g-ITA ou PP-g-MODIT desta invenção e iii) antioxidantes.

A razão em peso da argila híbrida/compatibilizador é de 1/3 na batelada principal. A composição antioxidante em uma batelada principal pode ser entre 0,02-0,03% em peso da massa de batelada principal total. Esta mistura é seletiva, isto é, um compatibilizador com um grau fixo de enxerto é recomendado para uma argila específica com a finalidade de otimizar a distribuição dos componentes em uma batelada principal.

O estágio (c), obtenção dos nanocompósitos de argila, compreende a dispersão da batelada principal por diluição com poliolefina no estado fundido no misturador descontínuo sob temperatura, tempo e agitação controlados (190-195°C, 10-15 minutos, 75-90 rpm). O resultado deste processo é obter argilas com um alto grau de esfoliação, isto é, um sistema composto de nanofolhas de argila dispersas homogeneamente na matriz polimérica. O grau de diluição da argila inclui a faixa de 1-5% em peso da argila híbrida no nanocompósito. O processo de diluição no estado fundido é realizado em um misturador descontínuo em uma corrente de gás inerte, tal como, nitrogênio, cuja função é substituir o ambiente de oxidação (ar) na câmara do misturador e prevenir a oxidação da poliolefina. Adicionalmente, 0,02-0,03% em peso dos antioxidantes semelhantes a beta hidroxitolueno e tetrakis(3,5-di-t-butil-4-hidroxifenil-propenoato) de pentaeritritol (Irganox 1010®) e fosfito de tris(2,4-di-t-butilfenila) (Irgafos 168) foram usados em uma taxa de 2/1 no misturador.

Procedimento 4

Obtenção de microcompósitos com base nas poliolefinas e compatibilizador de PP-g-ITA ou PP-g-MODIT desta

invenção.

O procedimento descreve a preparação de microcompósitos de PP (40-90% em peso) usando micropartículas, tais como, talco, carbonato de cálcio natural e sintético, bem como fibras de celulose (10-60% em peso) como agentes de reforço de poliolefina, compatibilizador de PP-g-ITA ou PP-g-MODIT desta invenção (1,0-9,0% em peso) e um antioxidante tal como beta-hidroxitolueno (BHT) ou tetracis(3,5-di-*t*-butil-4-hidroxifenil-propenoato) de pentaeritritol (Irganox 1010®) e fosfito de tris(2,4-di-*t*-butilfenila) (Irgafos 168) em uma razão de 2/1 (0,02-0,03% em peso), e compreende os estágios que se seguem:

a) Dosagem sequencial de PP, micropartículas secas, compatibilizador de PP-g-ITA ou PP-g-MODIT desta invenção e antioxidante em um misturador descontínuo.

b) Combinação a 75-90 rpm da mistura obtida no estágio (a) a 190-195°C durante 10-15 minutos em uma corrente de gás inerte, tal como, nitrogênio, por exemplo.

c) Pressagem a 4-6 MPa e 60-80°C do misturador.

d) Moagem do material prensado.

O estágio (a), dosagem dos componentes do compósito compreende adição de i) PP 40-90% em peso, ii) micropartículas a 10-60% em peso, iii) compatibilizador de PP-g-ITA ou PP-g-MODIT, que é PP enxertado com ITA ou MODIT, 0-13% em peso, e iv) antioxidante, tal como BHT ou tetracis(3,5-di-*t*-butil-4-hidroxifenil-propenoato) de pentaeritritol (Irganox 1010®) e fosfito de tris(2,4-di-*t*-butilfenila) (Irgafos 168), por exemplo, em uma razão de 2/1, 0,02-0,03% em peso. A função do antioxidante é

prevenir a degradação de PP durante o processo de mistura.

O estágio (b) é realizado em um misturador contínuo. A mistura dos componentes do compósito, PP, micropartículas, compatibilizador e antioxidante tem a finalidade de obter as micropartículas a serem distribuídas homogeneamente na matriz de polipropileno fundido. Uma vez que todos os componentes do compósito tenham sido adicionados, a mistura continua por 10-15 minutos sob uma corrente de gás inerte, por exemplo, nitrogênio, cuja função é remover o ar oxidante ambiente na câmara e prevenir a degradação do polipropileno.

No estágio (c) a massa resultante do estágio (b) é prensada a 4-6 MPa e 60-80°C, de modo a obter placas prensadas de 1-2 mm de espessura que finalmente seguirão para o estágio (d), que é a moagem das placas resultantes.

O estágio (d), moagem das placas, é realizado por corte manual ou mecânico em peças retangulares de aproximadamente 1-3 mm em cada lado.

Deste microcompósito granular são obtidos os espécimes de teste dimensionados de acordo com o padrão ASTM para determinação de suas propriedades de tensão (ASTM D 638).

O procedimento descrito nesta invenção para obtenção dos microcompósitos de PP reforçados com micropartículas de carbonato de cálcio natural também compreende o uso de reforços tradicionais, tais como, carbonato de cálcio, talco e fibras de celulose, tal como, serragem. O carbonato de cálcio natural foi obtido de acordo com o procedimento descrito no Pedido de Patente CL2542-2004 pelos autores desta invenção e permite que micropartículas de carbonato de cálcio natural sejam obtidas de cascas de ovo

recuperadas de resíduos de fazenda e resíduos industriais.

Ao mesmo tempo foi obtido o microcompósito sem o compatibilizador de PP-g-ITA ou PP-g-MODIT desta invenção, para fins de comparação.

5 Procedimento 5

Processo para obtenção de misturas de poliolefina e compatibilizador de PP-g-ITA ou PP-g-MODIT desta invenção.

O procedimento para obtenção das misturas de poliolefina usando compatibilizador de PP-g-ITA ou PP-g-MODIT e elastômero não funcionalizado e/ou funcionalizado
10 (EL) (elastômero enxertado com monômero ITA, EL-g-ITA) compreende os estágios que se seguem:

a) dosagem sequencial em um misturador descontínuo de:

(i) poliolefina tal como PP ZN340;

15 (ii) elastômeros não funcionalizados (EL), tais como, copolímero de etileno-1-octeno (Engage ou Eng), ou copolímero de estireno-b-(etileno-co-butileno)-b-estireno (SEBS), ou copolímero de etileno-co-1-hexeno (PEC₆) ou copolímero de etileno-co-1-octadeceno (PEC₁₈) e/ou
20 elastômeros funcionalizados, tais como, elastômeros enxertados com ITA (EL-g-ITA), tais como, Eng-g-ITA ou SEBS-g-ITA ou PEC₆-g-ITA ou PEC₁₈-g-ITA;

(iii) compatibilizador de PP-g-ITA ou PP-g-MODIT desta invenção; e

25 (iv) antioxidantes, tais como, BHT ou tetrakis(3,5-di-*t*-butil-4-hidroxifenil-propenoato) de pentaeritritol (Irganox 1010®) e fosfito de tris(2,4-di-*t*-butilfenila) (Irgafos 168) em uma razão de 2/1;

b) mistura a 75-90 rpm da composição obtida no estágio

30 (a) a 190-195°C durante 10-15 minutos, em uma corrente de

um gás inerte, tal como nitrogênio, por exemplo;

c) prensagem a 4-6 MPa e 60-80°C da massa resultante da mistura;

d) moagem do material prensado.

5 O estágio (a), dosagem dos componentes da combinação, inclui adição de:

i) PP (70-90% em peso);

10 ii) elastômero não funcionalizado, tal como, Eng ou SEBS ou PEC_6 ou PEC_{18} e/ou do elastômero funcionalizado de EL-g-ITA, tal como, Eng-g-ITA ou SEBS-g-ITA ou PEC_6 -g-ITA ou PEC_{18} -g-ITA (1,0-30,0% em peso). O elastômero funcionalizado tem a finalidade de permitir maior homogeneização das fases diferentes da combinação;

15 iii) compatibilizador de PP-g-ITA ou PP-g-MODIT desta invenção (1,0-15,0% em peso); e

iv) antioxidante (0,2-0,3% em peso). A função do antioxidante é prevenir a degradação do PP durante o processo de mistura.

20 O estágio (b) é realizado em um misturador descontínuo. A mistura dos componentes da combinação: PP, antioxidante, compatibilizador de PP-g-ITA ou PP-g-MODIT desta invenção e elastômero não funcionalizado (EL) e/ou elastômero funcionalizado de EL-g-ITA tem a finalidade de fazer com que o elastômero (fase dispersa) seja distribuído
25 homogeneamente na matriz de PP fundido e esses elastômeros funcionalizados são obtidos por um procedimento semelhante ao enxerto de ITA na poliolefina conforme descrito no procedimento 1 "Obtenção do compatibilizador de PP-g-ITA" desta invenção. Uma vez que todos os componentes da
30 combinação tenham sido adicionados, a mistura continua

durante 10-15 minutos sob uma corrente de gás inerte, por exemplo, nitrogênio, cuja função é remover o ar oxidante ambiente da câmara e prevenir a degradação do polipropileno.

5 No estágio (c) a massa resultante do estágio (b) é prensada a 4-6 MPa e 60-80°C, de modo a obter placas prensadas de 2-4 mm de espessura e finalmente prosseguir para a etapa (d), que é a moagem das placas resultantes.

10 O estágio (d), moagem das placas, é realizado por corte manual ou mecânico em peças retangulares de aproximadamente 1-3 mm em cada lado.

15 A partir desta combinação granulada, são obtidos os espécimes de teste dimensionados de acordo com os padrões ASTM para determinação de suas propriedades de tensão (ASTM D 638).

Ao mesmo tempo, a combinação sem o compatibilizador de PP-g-ITA ou PP-g-MODIT desta invenção e/ou sem o elastômero funcionalizado foi obtida para fins de comparação.

Exemplos de Aplicação

20 Os exemplos incluem a metodologia para obtenção de:

- Poliolefina enxertada com compatibilizador de ácido itacônico (PP-g-ITA) (Exemplo 1) e determinação do grau de enxerto real na poliolefina (Exemplo 1a)
- Poliolefina enxertada com compatibilizador de MODIT (PP-g-MODIT) (Exemplo 2) e determinação do grau de enxerto real na poliolefina (Exemplo 2a)
- Nanocompósitos de argilas modificadas (argila intercalada com a amina ODA) e compatibilizador de PP-g-ITA ou PP-g-MODIT desta invenção (Exemplo 3).
- 30 • Microcompósitos com base nas poliolefinas e

compatibilizador de PP-g-ITA ou PP-g-MODIT desta invenção e antioxidantes (Exemplo 4).

- Misturas de poliolefina e compatibilizador de PP-g-ITA ou PP-g-MODIT desta invenção (Exemplo 5).

5 Exemplo 1

Metodologia para obtenção da poliolefina enxertada com compatibilizador de ácido itacônico (PP-g-ITA).

O composto orgânico ou compatibilizador obtido nesta invenção compreende a poliolefina enxertada com ITA com um
10 grau controlado de enxerto por meio de um procedimento desenvolvido nesta invenção. As matérias-primas para obtenção do compatibilizador são: i) homopolímero comercial de PP, ZN250, da Petroquim S.A.; ii) ITA da Sigma USA; iii) iniciador de peróxido de dicumila da Akzo USA e iv)
15 antioxidantes tetrakis(3,5-di-t-butil-4-hidroxifenil-propenoato) de pentaeritritol (Irganox 1010®) e fosfito de tris(2,4-di-t-butilfenila) (Irgafos 168) em uma razão de 2/1 da Petroquim S.A.

Neste exemplo é dada uma descrição dos estágios para
20 obtenção de um compatibilizador com 1,8% de enxerto de ITA em PP ZN250 e uma massa total de 35 g, equivalente a capacidade do misturador descontínuo empregado, e compreendendo:

a) dosagem e mistura em um misturador descontínuo a
25 190°C, 75 rpm e durante 10 minutos sob uma corrente de gás inerte, tal como, nitrogênio de:

- i) PP ZN250 (33,77 g; 96,48% em peso),
- ii) ITA (1,05 g; 3,00% em peso),
- iii) iniciador de peróxido de dicumila (0,175 g; 0,50%

30 em peso), e

iv) antioxidantes tetrakis(3,5-di-*t*-butil-4-hidroxifenil-propenoato) de pentaeritritol (Irganox 1010®) e fosfito de tris(2,4-di-*t*-butilfenila) (Irgafos 168) em uma razão de 2/1 (0,07 g; 0,02% em peso),

5 b) prensagem a 5 MPa e 70°C da massa resultante do misturador descontínuo, de modo a obter placas prensadas de 1-2 mm de espessura, e

 c) moagem do material prensado (compatibilizador de PP-g-ITA) em peças retangulares de aproximadamente 1-3 mm
10 em cada lado.

Exemplo 1a

Determinação do grau de enxerto real do ácido itacônico (ITA) no polipropileno (PP).

O método para quantificação da porcentagem de enxerto
15 real de ITA em PP para o compatibilizador PP-g-ITA consiste na preparação das misturas físicas, no estado fundido, de PP e ITA no equipamento de mistura descontínua Brabender Plasticorder modelo PL331. Para aquela finalidade, três misturas são preparadas de PP ZN250 com ITA com composições
20 entre 1,0% e 3,0% em peso de ITA (Tabela 1). Essas misturas são processadas no misturador descontínuo durante 6 minutos a 190°C e 75 rpm em uma atmosfera inerte, por exemplo, nitrogênio. As amostras foram então analisadas por espectroscopia de infravermelho para transformação Fourier
25 (FTIR). O índice de carbonila (CI) de todas elas foi determinado. O CI foi definido como a razão da soma das intensidades das faixas de absorção FTIR centradas a 1.712 cm⁻¹ e 1.788 cm⁻¹, correspondendo aos grupos carbonila e anidrido succínico da molécula de ITA e a intensidade da
30 faixa de absorção de FTIR centrada a 1.167 cm⁻¹, o que

corresponde à faixa de absorção dos grupos CH_3 do PP usada como referência ($I_c = (A_{1.712 \text{ cm}^{-1}} + A_{1.788 \text{ cm}^{-1}}) / A_{1.167 \text{ cm}^{-1}}$). Uma curva de calibração é obtida do valor ponderado do CI de cada uma das misturas, a curva se referindo ao valor de CI com a porcentagem de ITA presente na mistura. Com esta curva é possível determinar a porcentagem de enxerto real (GAI) de ITA em PP com índice de fluidez diferente (FI). A equação 1 obtida da relação linear da curva de calibração permite que a GAI seja determinada.

$$G_{AI} (\% \text{ em peso}) = I_c / 0,093 \quad (\text{Equação 1})$$

Deste modo foram obtidos os compatibilizadores com 0,7, 1,0 e 1,8% de enxerto de ITA ou valor da GAI, isto é, PP-g-ITA_{0,7}, PP-g-ITA_{1,0} e PP-g-ITA_{1,8}, respectivamente, na matriz de polipropileno ZN250. As proporções dos componentes de cada um desses compatibilizadores em conjunto com o peso molecular e polidispersidade são resumidos nas Tabelas 1 e 2, respectivamente.

O emprego dos compatibilizadores de modo a obter nanocompósitos, microcompósitos e/ou misturas com base nas poliolefinas é específico e suas propriedades mecânicas e térmicas são determinadas de acordo com o grau de enxerto real de ITA na poliolefina.

Tabela 1. Proporções dos componentes (ácido itacônico, peróxido de dicumila e PP ZN250) para preparação de misturas físicas de PP com porcentagens diferentes de enxertos com ITA.

Misturas físicas	Ácido itacônico		Peróxido de dicumila		PP ZN250	
	(g)	(%)	(g)	(%)	(g)	(%)
Amostra 1	1,050	3,0	0,175	0,5	33,775	96,5

Misturas físicas	Ácido itacônico		Peróxido de dicumila		PP ZN250	
Amostra 2	0,750	2,0	0,175	0,5	34,075	99,0
Amostra 3	0,350	1,0	0,175	0,5	34,479	99,4

Tabela 2. Peso molecular (M_w), polidispersidade (P_d) e enxerto real de ITA em PP (ZN250) dos compatibilizadores nas misturas físicas.

Amostras físicas	Código do Compatibilizador	Porcentagem em peso de enxerto real	M_w (kg/mol)	P_d (M_w/M_n)
Amostra 1	PP-g-A.IT _{1,8}	1,8	110	2,3
Amostra 2	PP-g-A.IT _{1,0}	1,0	90	2,0
Amostra 3	PP-g-A.IT _{0,7}	0,7	85	2,1

Exemplo 2

5 Metodologia para obtenção do compatibilizador de poliolefina enxertada com MODIT (PP-g-MODIT).

Semelhante a Exemplo 1 de aplicação, onde o estágio a) ii) é modificado por substituição do monômero de ITA por MODIT, assim obtendo o compatibilizador de PP-g-MODIT com
10 um grau variável de enxerto real entre 0,5 e 144% em peso no homopolímero PP ZN250.

Exemplo 2a

Metodologia para determinação do grau de enxerto real de MODIT na poliolefina.

15 A determinação do grau de enxerto real de MODIT no homopolímero de PP é semelhante aquela descrita para obtenção do grau de enxerto real de ITA no compatibilizador de PP-g-ITA (Procedimento 1a), substituindo o monômero de ITA por MODIT.

20 O monômero de MODIT foi preparado da reação de

anidrido itacônico (1,0 mol) e álcool 1-octadecila (1,2 mol) em tolueno como solvente na temperatura de refluxo do último. O tempo de reação foi de duas horas e meia. Ao final da reação o solvente foi removido em um evaporador giratório e o produto bruto obtido foi recristalizado em uma mistura 50/50 v/v de tolueno/éter petróleo. O produto purificado se funde a uma temperatura de 86-88°C e sua pureza foi verificada por espectrometria de ressonância magnética nuclear de próton (^1H NMR).

10 As misturas físicas de PP ZN250 e MODIT realizadas para determinação do grau de enxerto real de MODIT em PP compreenderam uma composição entre 0,5% e 5,0% em peso de MODIT (Tabela 3). Essas misturas foram processadas de um modo semelhante ao procedimento descrito para o compatibilizador PP-g-ITA, no misturador descontínuo 15 durante 6 minutos, 75 rpm e 190 °C em uma atmosfera inerte, por exemplo, de nitrogênio. As amostras foram então analisadas por espectroscopia de infravermelho para transformação Fourier (FTIR). O índice de carbonila (CI) de todas elas foi determinado. O CI foi definido como a razão 20 da soma das intensidades das faixas de absorção FTIR centradas a 1.718 cm^{-1} , 1.735 cm^{-1} e 1.778 cm^{-1} , correspondendo aos grupos representativos da molécula de MODIT e a intensidade da faixa de absorção de FTIR centrada 25 a 1.164 cm^{-1} , o que corresponde a faixa de absorção dos grupos CH_3 do PP usada como referência. A tabela 4 mostra os valores de CI para cada uma das misturas preparadas, a porcentagem real do enxerto de MODT resultante e o código de cada compatibilizador de PP-g-MODIT_x, onde x representa 30 a porcentagem real de enxerto e seguindo-se o mesmo

procedimento usado para o compatibilizador de PP-g-ITA.

O emprego dos compatibilizadores para obtenção dos nanocompósitos, microcompósitos e/ou misturas com base nas poliolefinas é específico e suas propriedades mecânica e
5 térmica são determinadas de acordo com o grau de enxerto real de MODIT na poliolefina.

Tabela 3. Proporções dos componentes (MODIT, peróxido de cumila e PP ZN250) nas misturas físicas para obtenção de compatibilizadores com porcentagens diferentes de MODIT
10 enxertado.

	MODIT		Peróxido de cumila		PP ZN250	
	(%)	(g)	(%)	(g)	(%)	(g)
Misturas físicas						
1	0,5	0,175	0,5	0,175	99,0	34,65
2	1,0	0,350	0,5	0,175	98,5	34,48
3	2,0	0,700	0,5	0,175	97,5	34,13
4	3,0	1,050	0,5	0,175	96,5	33,78
5	5,0	1,750	0,5	0,175	94,5	33,08

Tabela 4. Índice de carbonila e porcentagem de enxerto real de MODIT em PP nos compatibilizadores obtidos das misturas físicas.

Misturas físicas	IC	% de enxerto real do MODIT em PP	Código do Compatibilizador
1	0,191	0,375	PP-g-MODIT _{0,4}
2	0,263	0,516	PP-g-MODIT _{0,5}
3	0,507	0,995	PP-g-MODIT _{1,0}
4	0,696	1,366	PP-g-MODIT _{1,4}

5	0,623	1,222	PP-g-MODIT _{1,2}
---	-------	-------	---------------------------

Exemplo 3

Metodologia para obtenção de nanocompósitos com base no argilas modificadas (argila intercalada com a amina ODA) e o compatibilizador de PP-g-ITA ou PP-g-MODIT desta invenção.

A poliolefina e o nanocompósito de argila do tipo esméctico são compreendidas das matérias-primas que se seguem: i) poliolefina; ii) argila modificada e intercalada com ODA; iii) compatibilizador de PP-g-ITA ou PP-g-MODIT desta invenção, e iv) antioxidantes.

(i) As poliolefinas usadas eram homopolímeros de polipropileno Ziegler-Natta da Petroquim S.A. Company com índices de fluidez (FI) entre 1,8 e 26,0 (ZN340 e ZN150), bem como homopolímeros de polipropileno metaloceno (Met 340 e Met 190) com as propriedades indicadas na Tabela 5.

(ii) Argilas do tipo esméctico, tais como, montmorilonita (Mo) e hectorita natural (Hn) e hectorita sintética (Hs) fornecidas pela Netherland Organisation for Applied Scientific Research-NTO dos Países-Baixos (Tabela 6).

(iii) Compatibilizadores: PP enxertado com ITA ou MODIT desta invenção obtido de acordo com procedimentos 1 e 2, respectivamente, desta invenção.

(iv) Antioxidante: Beta-hidroxitolueno (BHT) ou tetrakis(3,5-di-*t*-butil-4-hidroxifenil-propenoato) de pentaeritritol (Irganox 1010®) e fosfito de tris(2,4-di-*t*-butilfenila) (Irgafos 168) em uma razão de 2/1 da Petroquim S.A. Company.

Tabela 5. Índice de fluidez (FI), peso molecular médio

($\overline{Mw}$), polidispersidade (P_d), módulo elástico (E), limite elástico (σ_y), deformação em ruptura (ϵ) e estabilidade térmica (T_{50}) de PP Ziegler Natta (ZN) e metallocenos (Met) empregados na invenção.

PP	F	$\overline{Mw}$ (Kg./mo l)	P_d ($\overline{Mw}/\overline{Mn}$)	E (MPa)	σ_y (MPa)	(%)	T_{50} (°C)
ZN 340	3	340	3,9	1.090 $\pm$ 30	30 $\pm$ 1	250	319 $\pm$ 1
ZN 250	13	250	3,4	1.080 $\pm$ 40	30 $\pm$ 2	100	318 $\pm$ 1
ZN 150	26	150	4,4	1.092 $\pm$ 45	32 $\pm$ 2	20	319 $\pm$ 1
Met 340	--	315	1,8	1.116 $\pm$ 32	30 $\pm$ 1	375	319 $\pm$ 1
Met 190	--	190	1,8	1.102 $\pm$ 42	30 $\pm$ 2	100	319 $\pm$ 1

5 Tabela 6. Capacidade de troca de cátion (CEC), plano de distância interlamilar D_{001} , composição elementar e fórmula empírica das argilas usadas na invenção.

	Montmorilonita	Hectorita natural	Hectorita sintética
Código	Mo	Hn	Hs
CEC (meq/100g)	83	100	95
D_{001} (Å)	12,1	11,3	14,2
SiO ₂ (%)	54,4	51,0	51,4
Al ₂ O ₃ (%)	18,2	1,7	< 0,2
Na ₂ O (%)	3,5	2,9	5,2
Li ₂ O (%)	< 0,1	0,9	0,6
Fe ₂ O ₃ (%)	3,5	0,6	< 0,1
MgO (%)	2,0	21,3	23,9
CAO (%)	0,6	1,8	< 0,1
K ₂ O (%)	0,2	0,4	< 0,01

Fórmula empírica	$M_{0,62}(Al_{1,58}, Mg_{0,22})$ $Si_4O_{10}(OH)_2 \cdot nH_2O$	$M_{0,78}(Al_{0,16}Mg_{2,49}, Li_{0,28})$ $Si_4O_{10}(OH)_2 \cdot nH_2O$	$M_{0,79}(Mg_{2,77}, Li_{0,19})$ $Si_4O_{10}(OH)_2 \cdot nH_2O$
---------------------	--	---	--

Este exemplo descreve os estágios para obtenção de um nanocompósito de polipropileno ZN340 (96,0% em peso); argila híbrida Mo (1,0% em peso) e compatibilizador PP-g-AIT_{1,8} desta invenção (3,0% em peso), que compreende os
5 seguintes estágios de preparação:

- a) argila híbrida Mo argila;
- b) batelada principal de argila híbrida-compatibilizador; e
- c) argila híbrida-compatibilizador-nanocompósito de
10 PP.

a) A preparação de Mo híbrido é obtida por meio da intercalação de uma amina ODA na argila MO, isto é, uma reação de troca de cátions da argila Mo com a amina ODA em um ambiente ácido (pH 3,0). Para esta finalidade, uma
15 dispersão aquosa de Mo é preparada usando 5,0 g de Mo em 500 mL de água destilada, agitando durante 30 minutos. Separadamente, 1,6 g de ODA são dissolvidos em 500 mL de uma mistura de etanol/água 1/1 a 70°C, ajustando o pH = 3,0 com ácido clorídrico. Então, a solução de ODA é adicionada
20 à dispersão aquosa de Mo, novamente ajustando o pH desta nova suspensão resultante a 3,0 e a agitação continua durante 2 horas e meia a 30°C. Então a mesma é filtrada, lavada com mistura de etanol/água a 1/1, o filtrado é seco a 60°C por 12 horas e o Mo híbrido resultante é moído em um
25 moinho de laboratório mecânico na malha Standard 325.

b) Preparação de uma batelada principal, que compreende a mistura de: i) 9,25 g de Mo híbrida obtida no

estágio (a); ii) 27,7 g de compatibilizador de PP-g- $\text{AIT}_{1.8}$ desta invenção (razão de 1/3 de Mo híbrida/compatibilizador); e iii) 0,02 g do antioxidante BHT e 0,02 g de antioxidantes tetracis(3,5-di-t-butil-4-hidroxifenil-propenoato) de pentaeritritol (Irganox 1010®) e fosfito de tris(2,4-di-t-butilfenila) (Irgafos 168) em uma razão de 2/1. A batelada principal é assim obtida em um misturador descontínuo a 100 rpm, 190°C e 10 minutos em uma corrente de um gás inerte, tal como nitrogênio.

c) Obtenção do nanocompósito: o mesmo compreendendo mistura de: i) 1,48 g da batelada principal preparada no estágio anterior; ii) 35,6 g de PP ZN340; e iii) 0,02 g de BHT e 0,02 g dos antioxidantes tetracis(3,5-di-t-butil-4-hidroxifenil-propenoato) de pentaeritritol (Irganox 1010®) e fosfito de tris(2,4-di-t-butilfenila) (Irgafos 168) em uma razão de 2/1. Esta mistura é realizada em um misturador descontínuo Brabender Plasticorder a 190°C, 75 rpm, durante 10 minutos sob uma corrente de um gás inerte, tal como nitrogênio, cuja função é diluir o ar oxidante ambiente na câmara de modo a prevenir a degradação do polipropileno. A massa resultante do misturador descontínuo é prensada a 5 MPa e 80°C, produzindo placas de 1-2 mm de espessura que são finalmente moídas em peças retangulares de aproximadamente 1-3 mm em cada lado. Deste nanocompósito moído são obtidos espécimes para testes térmico e de tensão de acordo com o padrão.

O mesmo procedimento descrito neste exemplo de aplicações é válido para obtenção de nanocompósitos usando outras argilas esmécticas, tais como, Hn e Hs da Tabela 6, PPs diferentes, tais como, ZN250 e ZN150 da Tabela 5, e

compatibilizadores de PP-g-AIT_x ou PP-g-MODIT_x com diferentes graus de enxerto de ITA ou MODIT no PP. Os nanocompósitos obtidos desta forma terão uma composição de 1, 3 e 5% em peso de Hn ou Hs híbrida usando uma batelada principal com uma razão de argila híbrida/compatibilizador de 1/3.

De modo semelhante, a descrição deste exemplo do pedido é também válida para obtenção de nanocompósitos para fins de comparação usando o compatibilizador de PP-g-AMA ao invés do PP-g-AIT_x ou PP-g-MODIT_x desta invenção. O compatibilizador de PP-g-AMA possui 0,6% de ácido maléico (MAA) enxertado na poliolefina. Isto é válido para todas as argilas esmécticas da Tabela 6, bem como os PPs citados na Tabela 5, e mantendo a razão em peso de argila híbrida/PP-g-AMA de 1/3 da batelada principal, bem como a composição de argila híbrida de 1,0 a 5,0% em peso.

Teste mecânicos e térmicos dos nanocompósitos.

Os testes realizados para determinar as propriedades mecânicas e térmicas dos nanocompósitos de homopolímero de PPs e argilas híbridas esmécticas foram:

- Testes térmicos por análise termogravimétrica que tornam possível a obtenção de temperatura de decomposição medida como a temperatura correspondendo a uma perda de peso de 50%, codificada como "T₅₀" e referida como estabilidade térmica.

- Testes de tensão de acordo com ASTM D 638, para determinar as propriedades mecânicas de tensão como módulo elástico (E) em megapascals (MPa) e limite elástico (σ_y) em megapascals (MPa).

Tabela 7. Estabilidade térmica (T₅₀) dos nanocompósitos

obtidos empregando peso/peso a 3% de PP-g-ITA com diferentes porcentagens de enxerto como o agente compatibilizador, e 1% de argilas híbridas diferentes. (T_{50} PP = 319°C)

PP	% ITA em PP-g-AIT _x	Mo	Hn	Hs
		T_{50} (°C)	T_{50} (°C)	T_{50} (°C)
ZN340	x=1,8	382	350	365
	x=1,0	378	362	369
	x=0,7	353	362	370
ZN150	x=1,8	380	363	366
	x=1,0	376	366	368
	x=0,7	366	367	368

De acordo com os testes térmicos dos nanocompósitos pode ser estabelecido que:

- Os nanocompósitos obtidos empregando o compatibilizador desta invenção, PP-g-ITA com diferentes graus de enxerto de ITA no PP (0,7, 1,0 e 1,8% em peso de ITA em PP), possuem uma estabilidade térmica (T_{50}) superior a aquela do polipropileno sozinho. Adicionalmente, a estabilidade térmica (T_{50}) do nanocompósito é uma função do grau de enxerto real de ITA no compatibilizador de PP-g-ITA usado, e é também específica de acordo com o tipo de argila esméctica empregada (Tabela 7).

Tabela 8. Módulo elástico (E) e limite elástico (σ_y) dos nanocompósitos que compreendem 3% em peso de compatibilizador de PP-g-ITA e porcentagens diferentes de enxerto real de ITA e 1% em peso de Mo híbrida, Hn e Hs (*).

PP	%AIT em PP-g- AIT	Mo		Hn		Hs	
		E (MPa)	σ_y (MPa)	E (MPa)	σ_y (MPa)	E (MPa)	σ_y (MPa)
ZN 340	X=1,8	1573 $\pm$ 25	42 $\pm$ 2	1723 $\pm$ 31	48 $\pm$ 2	1653 $\pm$ 23	41 $\pm$ 2
	X=1,0	1523 $\pm$ 30	41 $\pm$ 2	1750 $\pm$ 22	48 $\pm$ 1	1748 $\pm$ 19	41 $\pm$ 1
	X=0,7	1470 $\pm$ 18	40 $\pm$ 3	1850 $\pm$ 43	50 $\pm$ 2	1880 $\pm$ 15	46 $\pm$ 1
ZN 150	X=1,8	2117 $\pm$ 35	40 $\pm$ 1	1791 $\pm$ 40	49 $\pm$ 2	1717 $\pm$ 25	40 $\pm$ 2
	X=1,0	1941 $\pm$ 33	38 $\pm$ 2	2075 $\pm$ 35	48 $\pm$ 1	1855 $\pm$ 29	40 $\pm$ 1
	X=0,7	1900 $\pm$ 42	38 $\pm$ 2	2137 $\pm$ 28	51 $\pm$ 2	1966 $\pm$ 19	45 $\pm$ 2

(*) Publicação científica: Macromol. Chem. Phys., 207, 1376-1386, agosto (2006). Uso do PP enxertado com ácido itacônico como um novo compatibilizador para nanocompostos de argila/PP. Moncada E., Quijada R., Lieberwirth I., Yazdani-Pedram M.

Tabela 8A. Módulo elástico (E) e limite elástico (σ_y) dos nanocompósitos que compreendem 3% em peso de compatibilizador de PP-g-MODIT e porcentagens diferentes de enxerto real de ITA e 1% em peso de Mo híbrida, Hn e Hs.

PP	% de MODIT em PP-g- MODIT _x	Mo	
		E (Mpa)	σ_y (MPa)
ZN 340	X=1,4	1.496 $\pm$ 33	38 $\pm$ 2
	X=0,5	1.367 $\pm$ 32	37 $\pm$ 1
ZN 150	X=1,4	1.591 $\pm$ 23	38 $\pm$ 2
	X=0,5	1.569 $\pm$ 36	38 $\pm$ 3

Tabela 9. Módulo elástico (E) e limite elástico (σ_y) dos nanocompósitos obtidos com 1% em peso de diferentes argilas

híbridas, 3% em peso de PP-g-AMA e homopolímero Ziegler-Natta de PPs de peso molecular diferente. (*)

PP	Mo		Hn		Hs	
	E (MPa)	σ_y (MPa)	E (MPa)	σ_y (MPa)	E (MPa)	σ_y (MPa)
ZN340	1.310 $\pm$ 32	34 $\pm$ 1	1.550 $\pm$ 42	42 $\pm$ 1	1.410 $\pm$ 43	39 $\pm$ 1
ZN150	1.415 $\pm$ 37	38 $\pm$ 3	1.607 $\pm$ 32	43 $\pm$ 2	1.405 $\pm$ 35	41 $\pm$ 2

E = Módulo Elástico.

σ_y = Limite elástico

(*) Publicação Científica: Macromol. Chem. Phys., 207, 1376-1386, Agosto (2006). Uso de PP enxertado com ácido itacônico como um novo compatibilizador para PP/nanocompósitos de argila. Moncada E., Quijada R., Lieberwirth I., Yazdani-Pedram M.

De acordo com os testes mecânicos dos nanocompósitos com base no poliolefinas, argilas híbridas e compatibilizadores desta invenção ou compatibilizador de PP-g-AMA, pode ser estabelecido que:

- Nanocompósitos obtidos empregando o compatibilizador de PP-g-ITA desta invenção possuem rigidez (E) (13,0 a 49,0%) e limite elástico (17,0 a 22,0%) maiores que aqueles fabricados usando o compatibilizador de PP-g-AMA. Isto é válido para os nanocompósitos com 1,0% em peso de argilas híbridas e o PPs usado nesta invenção.

- A rigidez (E) dos nanocompósitos aumenta conforme o índice de fluidez do PP empregado aumenta (6,0 a 15,0% de aumento) e também como o grau de enxerto real de MODIT no compatibilizador de PP-g-MODIT aumenta (5,0 a 10,0% de aumento).

- A rigidez (E) e o limite elástico dos nanocompósitos com base nas poliolefinas (ZN340 ou ZN150),

no compatibilizador de PP-g-ITA desta invenção e nas argilas (Mo ou Hn) é uma função do grau de enxerto real de ITA no PP de modo a obter tais nanocompósitos.

• A rigidez (E) dos nanocompósitos com base nas poliolefinas (ZN340 ou ZN150), compatibilizadores de PP-g-AIT_{0.6} ou PP-g-MODIT_{0.5} desta invenção, e argilas híbridas Mo ou Hn é maior (5,0 a 49,0% de aumento) que aquela correspondendo aos nanocompósitos obtidos empregando o compatibilizador de PP-g-AMA com 0,6% de enxerto real de AMA no PP.

• Nanocompósitos que utilizam compatibilizadores desta invenção podem ser aplicados aos campos os quais os requisitos de rigidez são mais necessários que nos campos de aplicação dos nanocompósitos que utilizam o compatibilizador de PP-g-AMA.

Exemplo 4

Metodologia para obtenção de microcompósitos com base nas poliolefinas e compatibilizadores de PP-g-AIT_x ou PP-g-MODIT_x desta invenção.

Os microcompósitos com base no polipropileno (PP) com micropartículas e o compatibilizador de PP-g-AIT_x ou PP-g-MODIT_x desta invenção consideraram o uso de PPs de Ziegler-Natta comerciais da Tabela 5 e as micropartículas mostradas na Tabela 10.

Tabela 10. Tamanho da partícula e área de superfície das micropartículas.

Micropartículas	Código	Tamanho da partícula (μm)			Área de superfície
		D(10)	d(50)	D(90)	BET (m ² /g)

Carbonato de cálcio sintético	CC 2	0,4	2,0	10,2	3,2
Talco	TA 2	0,7	2,4	6,5	6,3
Carbonato de cálcio natural	ES400	88,4	1,7	227,5	18,2

Este exemplo descreve os estágios para obtenção de um microcompósito de PP, ZN250, com 40% em peso de micropartículas de carbonato de cálcio natural ES400 (obtidas de acordo com o procedimento descrito no Pedido de Patente CL2542-2004 pelos autores desta invenção), e compatibilizador de PP-g-AIT_{0,7} desta invenção, para uma massa total de 35 g, equivalente à capacidade do misturador descontínuo usado e compreendendo:

a) Dosagem e mistura sequenciais, em um misturador descontínuo a 190°C durante 10 minutos e a 75 rpm sob uma corrente de um gás inerte, tal como nitrogênio, dos componentes do microcompósito:

- i) PP ZN250 (20,6 g);
- ii) compatibilizador de PP-g-AIT_{0,7} desta invenção (0,35 g);
- iii) antioxidantes tetrakis(3,5-di-*t*-butil-4-hidroxifenil-propenoato) de pentaeritritol (Irganox 1010®) e fosfito de tris(2,4-di-*t*-butilfenila) (Irgafos 168) em uma razão de 2/1 (0,048 g); e
- iv) Micropartículas de ES400 seco (14,0 g).

b) prensagem a 5 MPa e 80°C da massa resultante da mistura no misturador descontínuo, de modo a obter placas prensadas de 1-2 mm de espessura, e

c) moagem do material prensado resultante ou microcompósito de polipropileno com 40% em peso de

micropartículas de ES400 em peças retangulares de aproximadamente 1-3 mm em cada lado.

O mesmo procedimento é válido para os microcompósitos com base em PP ZN340 e ZN250 com 40% em peso de micropartículas de CC2 ou TA2 ou fibras de celulose, tal como, serragem e 1,0 a 9,0% em peso de compatibilizador de PP-g-AIT_{0,6} ou PP-g-MODIT_{0,5} desta invenção.

De modo semelhante, para fins de comparação e com a mesma metodologia, microcompósitos de PP-micropartículas e sem compatibilizador foram obtidos. Microcompósitos de PP-micropartículas que usam compatibilizadores, tais como, PP-g-AMA_{0,6} foram também obtidos para avaliar as vantagens comparativas dos compatibilizadores de PP-g-AIT_{0,6} ou PP-g-MODIT_{0,5} desta invenção nas propriedades mecânicas do microcompósito.

Os testes mecânicos realizados com os microcompósitos obtidos eram testes de tensão de acordo com ASTM D638, para determinar propriedades mecânicas de tensão, tais como, módulo elástico (E) em megapascals (MPa), limite elástico (σ_y) em megapascals (MPa), e alongamento em ruptura em %.

Tabela 11: Módulo elástico (E), limite elástico (σ_y) e alongamento em ruptura (ϵ) de microcompósitos obtidos com PP, ZN250, e micropartículas (40% em peso) de talco (TA2) ou carbonato de cálcio (ES400) e compatibilizador PP-g-AIT_{0,6} ou PP-g-MODIT_{0,5} desta invenção e PP-g-AMA_{0,6}

Compatibiliza- Dor		PP ZN250 - TA2 (40% em peso)			PP ZN250 - ES400 (40% em peso)		
Tipo	% em peso	E (MPa)	σ_y (MPa)	ϵ (%)	E (MPa)	σ_y (MPa)	(%)
PP-g-	0	2.370 ± 41	27 ± 1	3	1.582 ± 17	23 ± 1	3

AMA _{0,6}							
	3	2.441 ± 39	32 ± 3	3	1.835 ± 18	31 ± 1	4
	6	2.577 ± 42	32 ± 2	3	1.833 ± 18	31 ± 3	4
	9	2.561 ± 60	34 ± 3	3	1.825 ± 16	32 ± 1	5
PP-g-AIT _{0,6}	0	2.370 ± 41	27 ± 1	3	1.582 ± 17	23 ± 1	3
	3	2.429 ± 41	30 ± 1	2	1.866 ± 30	27 ± 2	3
	6	2.484 ± 45	32 ± 2	3	1.897 ± 18	28 ± 2	3
	9	2.588 ± 67	34 ± 3	3	1.853 ± 11	28 ± 1	3
PP-g-MODIT _{0,5}	0	2.370 ± 41	27 ± 1	3	1.582 ± 17	23 ± 1	3
	3	2.430 ± 30	28 ± 1	3	1.796 ± 30	24 ± 5	3
	6	2.425 ± 58	28 ± 1	3	1.812 ± 58	27 ± 2	3
	9	2.470 ± 78	28 ± 1	3	1.798 ± 78	28 ± 1	4

As propriedades mecânicas dos microcompósitos de poliolefinas contendo micropartículas de carbonato de cálcio natural ES400 ou talco TA2 e compatibilizador PP-g-AIT_{0,6} ou PP-g-MODIT_{0,5} desta invenção ou PP-g-AMA mostram que:

• A rigidez (E) e o limite elástico aumentam conforme a proporção de compatibilizador de PP-g-AIT_{0,6} ou PP-g-MODIT_{0,5} desta invenção (10,0 a 20,0% de aumento para E e 4,0 a 30,0% de aumento para o limite elástico) ou do compatibilizador de PP-g-AMA_{0,6} compatibilizador aumenta (de 1,0 a 9,0% em peso) (5,0 a 10,0% de aumento de E e 4,0 para 25,0% de aumento do limite elástico).

• A rigidez (E) e o limite elástico dos microcompósitos que empregam o compatibilizador de PP-g-AIT_{0,6} ou PP-g-MODIT_{0,5} desta invenção são maiores que aquelas do microcompósito semelhante sem compatibilizador

(10,0 a 20,0% de aumento de E e 4,0 a 30,0% de aumento do limite elástico).

• A rigidez (E) e o limite elástico dos microcompósitos que empregam o compatibilizador de PP-g-AIT_{0,6} ou PP-g-MODIT_{0,5} desta invenção aumentam em uma proporção maior quando a proporção do compatibilizador aumenta de 1,0 a 9,0% em peso, em comparação com o aumento de E e limite elástico dos microcompósitos que empregam o compatibilizador de PP-g-AMA_{0,6} na mesma faixa de composição.

• Os microcompósitos obtidos empregando os compatibilizadores desta invenção podem ser aplicados ns campos nos quais os requisitos de rigidez são semelhantes ou mais necessários que nos campos de aplicação dos microcompósitos obtidos usando o compatibilizador de PP-g-AMA.

Exemplo 5

Metodologia para obtenção de misturas de poliolefina e compatibilizador de PP-g-ITA ou PP-g-MODIT desta invenção.

Os componentes das misturas de poliolefina são: i) poliolefinas; ii) elastômeros modificados ou não modificados; iii) compatibilizadores desta invenção e iv) antioxidante.

i) Poliolefinas: polipropilenos de Ziegler-Natta comerciais da Tabela 5.

ii) Elastômeros não modificados: a) não metalocenos: copolímeros de etileno-1-octeno (Engage) e copolímero de estireno-b-(etileno-co-butileno)-b-estireno (SEBS); e b) metalocenos: copolímero de etileno-co-1-hexeno (PEC₆), copolímero de etileno-co-1-octadeceno (PEC₁₈) (Tabela 12).

Elastômeros modificados também foram usados como compatibilizadores adicionais para obter melhor homogeneização das fases na combinação de poliolefina e eles compreendem o enxerto de ITA (0,7% grau de enxerto) no elastômero (EL-g-ITA), tal como, Eng-g-ITA ou SEBS-g-ITA ou PEC₆-g-ITA ou PEC₁₈-g-ITA.

iii) Compatibilizador: PP-g-ITA ou PP-g-MODIT desta invenção.

iv) Antioxidante: Beta-hidroxitolueno (BHT) ou tetracis(3,5-di-*t*-butil-4-hidroxifenil-propenoato) de pentaeritritol (Irganox 1010®) e fosfito de tris(2,4-di-*t*-butilfenila) (Irgafos 168) em uma razão de 2/1, da Petroquim S.A. Company.

Tabela 12. Peso molecular (*M_w*), polidispersidade (*P_d*) e incorporação dos elastômeros empregados nesta invenção.

<i>Elastômero</i>	<i>M_w</i> (g/mol)	<i>P_d</i> <i>M_w/M_n</i>	<i>Incorporação</i> (mol%)
PEC6	60.000	1,7	19,4
PEC18	71.000	2,0	12,2
Engage	94.000	2,6	n.d.
SEBS	42.000	1,1	n.d.

n.d.= não determinado

Este exemplo descreve os estágios para a preparação da combinação com base no PP, ZN340, elastômero não funcionalizado (30% em peso) e compatibilizador de PP-g-AIT_{0,7} desta invenção (10% em peso) para uma massa total de 35 g, equivalente à capacidade do misturador descontínuo usado, e compreende:

a) dosagem e mistura sequenciais em um misturador

descontínuo a 190°C e 75 rpm durante 10 minutos sob uma corrente de gás inerte, tal como, nitrogênio, dos componentes da combinação:

i) PP ZN340 (20,6 g);

5 ii) compatibilizador de PP-g-AIT_{0,7} desta invenção (0,35 g);

iii) antioxidantes tetrakis(3,5-di-t-butil-4-hidroxifenil-propenoato) de pentaeritritol (Irganox 1010®) e fosfito de tris(2,4-di-t-butilfenila) (Irgafos 168) em
10 uma razão de 2/1 (0,048 g); e

iv) elastômero não funcionalizado, Engage (14,0 g).

b) prensagem a 5 MPa e 80°C da massa resultante da mistura no misturador descontínuo, de modo a obter placas prensadas de 1-2 mm de espessura, e

15 c) moagem do material prensado resultante ou combinação em peças retangulares de aproximadamente 1-3 mm em cada lado.

O mesmo procedimento é válido para obtenção de misturas com base em PP, ZN340, com elastômero, tal como, SEBS, PEC₆, PEC₁₈, e compatibilizador PP-g-AIT_{0,6} ou PP-g-MODIT_{0,5} desta invenção. Misturas foram também obtidas com
20 base em PP, ZN340, compatibilizador PP-g-AIT_{0,6} ou PP-g-MODIT_{0,5} desta invenção e com elastômeros funcionalizados, tais como, SEBS-g-ITA, PEC₆-g-ITA e PEC₁₈-g-ITA como
25 compatibilizadores adicionais.

Adicionalmente, para fins de comparação, misturas de elastômero PP não funcionalizado e sem compatibilizador foram também obtidas usando a mesma metodologia.

Os testes mecânicos realizados com as misturas de
30 referência e misturas obtidas, conforme detalhado na Tabela

13 foram:

- i) testes de tensão de acordo com ASTM D 638 para determinar as propriedades mecânicas de tensão, tais como, módulo de Young (E) em megapascals (MPa), limite elástico (σ_y) em megapascals (MPa) e alongamento em ruptura em %, e
- ii) resistência ao impacto (ASTM D256) para determinar a resistência ao impacto (J/m).

Tabela 13. Componentes (PP, compatibilizador de PP-g-ITA, elastômero EL-g-ITA e elastômero EL compatibilizados) e composição (porcentagem em peso) das misturas de referência e misturas obtidas nesta invenção.

Mistura	PP ZN340	PP-g-ITA	EL-g-ITA	EL
Referência PP	100	0	0	0
Referência EL	0	0	0	100
Referência 1	70	0	0	30
Combinação 1	60	10	0	30
Combinação 2	60	10	10	20
Combinação 3	70	0	10	20

Tabela 14. Módulo elástico (E), limite elástico (σ_y) e alongamento em ruptura (ϵ) de misturas de PP ZN 340/Eng 70/30 sem compatibilizador e compatibilizadas com PP-g-ITA e/ou Eng-g-ITA a 10%.

Mistura	PP - PP-g-ITA - Eng-g-ITA - Eng (%) em peso)	E (MPa)	σ_y (MPa)	ϵ (%)
Referência PP	100 - 0 - 0 - 0	1.222 $\pm$ 42	32 $\pm$ 3	375 $\pm$ 88
Referência EL	0 - 0 - 0 - 100	153 $\pm$ 21	5 $\pm$ 1	588 $\pm$ 66
Referência 1	70 - 0 - 0 - 30	693 $\pm$ 27	27 $\pm$ 1	205 $\pm$ 80

Combinação 1	60 - 10 - 0 - 30	837 ± 80	16 ± 1	213 ± 68
Combinação 2	60 - 10 - 10 - 20	930 ± 84	31 ± 2	181 ± 61
Combinação 3	70 - 0 - 10 - 20	780 ± 56	28 ± 3	206 ± 21

Tabela 15 - Módulo elástico (E), limite elástico (σ_y) e alongamento em ruptura (ϵ) das misturas de PP ZN 340/Eng 70/30 sem compatibilizador e compatibilizadas com PP-g-MODIT e/ou Eng-g-MODIT a 10%.

Mistura	PP - PP-g-MODIT - Eng-g-MODIT - Eng (% em peso)	E (MPa)	σ_y (MPa)	ϵ (%)
Referência PP	100 - 0 - 0 - 0	1222 ± 42	32 ± 3	375 ± 88
Referência EL	0 - 0 - 0 - 100	153 ± 21	5 ± 1	588 ± 66
Referência 1	70 - 0 - 0 - 30	693 ± 27	27 ± 1	205 ± 80
Combinação 1	60 - 10 - 0 - 30	722 ± 40	20 ± 1	122 ± 2
Combinação 2	60 - 10 - 10 - 20	840 ± 30	23 ± 1	117 ± 5
Combinação 3	70 - 0 - 10 - 20	739 ± 29	21 ± 1	137 ± 13

5 **Tabela 16** - Módulo elástico (E), limite elástico (σ_y) e alongamento em ruptura (ϵ) das misturas de PP ZN340/SEBS 70/30 sem compatibilizador e compatibilizadas com PP-g-ITA e/ou SEBS-g-ITA a 10%.

Mistura	PP - PP-g-ITA - SEBS-g-ITA - SEBS (% em peso)	E (MPa)	σ_y (MPa)	ϵ (%)
Referência PP	100 - 0 - 0 - 0	1222 ± 42	32 ± 3	375 ± 88
Referência EL	0 - 0 - 0 - 100	6 ± 1	12 ± 2	623 ± 85
Referência 1	70 - 0 - 0 - 30	790 ± 1	25 ± 2	266 ± 32

Combinação 1	60 - 10 - 0 - 30	865 ± 20	23 ± 3	172 ± 30
Combinação 2	60 - 10 - 10 - 20	985 ± 67	24 ± 1	53 ± 12
Combinação 3	70 - 0 - 10 - 20	906 ± 18	26 ± 2	133 ± 33

Tabela 17 - Módulo elástico (E), limite elástico (σ_y) e alongamento em ruptura (ϵ) de misturas de ZN 340/PEC6 70/30 sem compatibilizador e compatibilizadas com PP-g-ITA e/ou PEC6-g-ITA a 10%.

<i>Mistura</i>	<i>PP - PP-g-ITA - PEC6-g-ITA - PEC6 (% em peso)</i>	<i>E (MPa)</i>	<i>σ_y (MPa)</i>	<i>E (%)</i>
Referência PP	100 - 0 - 0 - 0	1222 ± 42	32 ± 3	375 ± 88
Referência EL	0 - 0 - 0 - 100	23 ± 11	3 ± 1	982 ± 100
Referência 1	70 - 0 - 0 - 30	653 ± 60	18 ± 1	346 ± 26
Combinação 1	60 - 10 - 0 - 30	675 ± 22	17 ± 2	380 ± 42
Combinação 2	60 - 10 - 10 - 20	724 ± 60	19 ± 1	389 ± 27
Combinação 3	70 - 0 - 10 - 20	698 ± 73	18 ± 1	369 ± 56

5 **Tabela 18** Módulo elástico (E), limite elástico (σ_y) e alongamento em ruptura (ϵ) de PP ZN340/PEC18 70/30 combinações sem compatibilizador and compatibilized com 10% de PP-g-ITA and/or PEC18-g-ITA.

<i>Mistura</i>	<i>PP - PP-g-ITA -</i>	<i>E</i>	<i>σ_y</i>	<i>ϵ</i>
----------------	------------------------	----------	------------------------------	------------------------------

	PEC18-g-ITA - PEC18 (% em peso)	(MPa)	(MPa)	(%)
Referência PP	100 - 0 - 0 - 0	1.222 ± 42	32 ± 3	375 ± 88
Referência EL	0 - 0 - 0 - 100	39 ± 42	n.d.*	643 ± 70
Referência 1	70 - 0 - 0 - 30	804 ± 41	19 ± 1	40 ± 48
Combinação 1	60 - 10 - 0 - 30	799 ± 79	19 ± 2	79 ± 51
Combinação 2	60 - 10 - 10 - 20	917 ± 63	22 ± 1	80 ± 60
Combinação 3	70 - 0 - 10 - 20	886 ± 55	19 ± 1	76 ± 34

* n.d. = não determinado.

Tabela 19 - Resistência ao impacto (J/m) das misturas de PP ZN340/Elastômero usando PP e/ou elastômero funcionalizado com ITA como compatibilizador.

Mistura	PP- - EL (% em peso)	PP-g-ITA EL-g-ITA- em	PEC6	PEC18	Eng	SEBS
Referência PP	100-0-0-0		20 ± 3	20 ± 3	20 ± 3	20 ± 3
Referência 1	70-0-0-30		107 ± 7	30 ± 4	42 ± 3	62 ± 30
Combinação 1	60-10-0-30		109 ± 10	33 ± 3	51 ± 16	92 ± 22
Combinação 2	60-10-10-20		115 ± 30	35 ± 2	62 ± 10	110 ± 21
Combinação 3	70-0-10-20		101 ± 35	35 ± 2	53 ± 14	90 ± 19

5 De acordo com os testes mecânicos das misturas com base nas poliolefinas e compatibilizadores desta invenção pode ser estabelecido que existe:

- Rigidez aumentada (E) (5,0 a 20,0% de aumento) e alongamento em ruptura (10,0 a 90,0% de aumento) quando se
10 utiliza o compatibilizador de PP-g-ITA ou PP-g-MODIT desta invenção para obtenção da combinação PP-EL.

• Rigidez aumentada (E) (10,0 a 35,0% de aumento), limite elástico (5,0 a 15,0% de aumento) e alongamento em ruptura (12,0 a 90,0% de aumento) quando os elastômeros funcionalizados com o monômero itacônico do ácido são adicionados como compatibilizadores com relação à combinação de PP-EL.

• Rigidez maior (E) da combinação de PP-EL (25% de aumento) quando um elastômero com uma cadeia lateral mais longa é empregado, na ordem crescente para PP/PEC₆ < PP/Engage < PP/PEC₁₈.

• Resistência ao impacto aumentada (10,0 a 80,0%) quando da adição dos elastômeros funcionalizados à combinação de PP-EL.

• Resistência ao impacto maior (10,0 a 50,0% de aumento) para misturas de PP-EL que contêm polímeros PP-g-AIT_x enxertados com ITA desta invenção que em relação às misturas de PP-EL que não contêm os mesmos.

• As misturas obtidas usando compatibilizadores desta invenção podem ser aplicadas nos campos nos quais os requisitos de rigidez e alongamento em ruptura são mais necessários que nos campos de aplicação das misturas sem compatibilizador.

REIVINDICAÇÕES

1. Compatibilizador com base nas poliolefinas, caracterizado pelo fato de que é constituído de: poliolefinas enxertadas no estado fundido com ácido itacônico (ITA) ou seu derivado de itaconato de monooctadecila (MODIT), com um grau de enxerto no intervalo entre 0,5% e 2,8%, com um nível de reprodutividade inferior a 10% para qualquer grau de enxerto neste intervalo e sem degradação significativa das poliolefinas.

2. Compatibilizador de acordo com reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a poliolefina se refere aos compostos com base nos homopolímeros de etileno, bem como, copolímeros de etileno ou propileno com alfa olefinas.

3. Compatibilizador de acordo com reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o polipropileno é um polipropileno heterofásico ou homopolímero de propileno com índice de fluxo de fusão entre 1,8 e 26,0.

4. Processo para obtenção do compatibilizador das reivindicações 1, 2 ou 3, caracterizado pelo fato de que o mesmo compreende os estágios que se seguem:

a) dosagem e mistura, em um misturador descontínuo, a 180-195°C, 75-90 rpm durante 10-15 minutos e sob uma corrente de um gás inerte, tal como, nitrogênio, de:

i) poliolefina no estado fundido,

ii) ácido itacônico (ITA) ou seu derivado de itaconato de monooctadecila (MODIT),

iii) iniciador, tal como, peróxido de dicumila e

iv) antioxidante, tal como, beta-hidroxitolueno (BHT) ou tetracis(3,5-di-t-butil-4-hidroxifenil-propenoato)

(Irganox 1010®) de pentaeritritol e fosfito de tris(2,4-di-

t-butilfenila) (Irgafos 168) em uma razão de 2/1,

b) pressagem da massa resultante do estágio (a) a uma pressão de 4-6 Mpa, na faixa de temperatura de 60-80°C, de modo a obter laminados de 1-2 mm de espessura, e

5 c) moagem do material prensado do estágio (b) em peças retangulares de aproximadamente 1-3 mm em cada lado,

 d) determinação quantitativa da porcentagem em peso de ITA ou MODIT em PP nas folhas e/ou películas obtidas no estágio (c) por análise infravermelho e onde uma degradação
10 apreciável das poliolefinas não aconteceu.

5. Processo para obtenção do compatibilizador de acordo com reivindicação 5, caracterizado pelo fato de que:

 a poliolefina é polipropileno (PP) e está na faixa de 92-98% em peso;

15 o ácido itacônico (ITA) ou seu derivado de itaconato de monooctadecila (MODIT) está na faixa de 1-7% em peso;

 o iniciador de peróxido de dicumila está na faixa entre 0,5-1,0% em peso, e

 os antioxidantes, tais como, beta-hidroxitolueno ou
20 tetrakis(3,5-di-*t*-butil-4-hidroxifenil-propenoato) de pentaeritritol (Irganox 1010®) e fosfito de tris(2,4-di-*t*-butilfenila) (Irgafos 168) estão na faixa de 0,02-0,03% em peso.

 6. Uso do compatibilizador das reivindicações 1, 2 ou
25 3, caracterizado pelo fato de que ele é utilizado para obtenção de nanocompósitos, microcompósitos ou misturas com base nas poliolefinas.

RESUMO

**COMPATIBILIZADORES PARA PRODUZIR NANOCOMPÓSITOS,
MICROCOMPÓSITOS E MISTURAS DE POLÍMERO E PROCESSO PARA
OBTENÇÃO DISSO**

5 A presente invenção se refere ao compatibilizadores a serem usados para obtenção de materiais denominados nanocompósitos de poliolefina, microcompósitos e misturas de polímero e inclui o processo para obtenção de tais compatibilizadores. Tais compatibilizadores são obtidos dos
10 monômeros dos compostos orgânicos, ácido itacônico (ITA) ou seu derivado de itaconato de monooctadecila (MODIT). Os compatibilizadores são poliolefinas enxertadas com aqueles monômeros, que são caracterizados por possuírem grupos funcionais com um caráter hidrófilo e uma estrutura
15 polimérica com um caráter hidrófobo. Os compatibilizadores desta invenção são caracterizados por possuírem graus controlados de enxerto destes monômeros e eles podem ser usados de forma ótima em várias aplicações. A invenção também se refere ao processo para obtenção de tais
20 compatibilizadores.