

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

(21) **PI1001312-1 A2**

(22) Data de Depósito: 10/03/2010
(43) Data da Publicação: 01/11/2011
(RPI 2130)



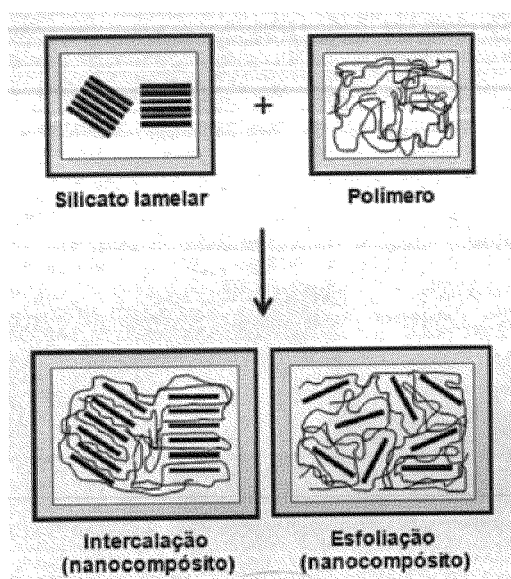
(51) *Int.Cl.:*
B82B 3/00
B82B 1/00
C09C 1/42
C01B 33/44

(54) Título: PROCESSO DE OBTENÇÃO DE NANOARGILA MODIFICADA PARA A PRODUÇÃO DE NANOCOMPÓSITOS POLIMÉRICOS E NANOARGILA MODIFICADA

(73) Titular(es): Ioto International Industria e Comércio de Produtos Aromáticos Ltda

(72) Inventor(es): Bianca Iodice, Dayane Mey Reis, Flavia Jarek, Gilson Luiz Torrens, Juliana Regina Kloss

(57) Resumo: PROCESSO DE OBTENÇÃO DE NANOARGILA MODIFICADA PARA A PRODUÇÃO DE NANOCOMPÓSITOS POLIMÉRICOS E NANOARGILA MODIFICADA, que compreende um método no qual uma argila, da família dos filossilicatos, é submetida a um tratamento químico, em água, durante o qual ocorre um aumento do seu espaçamento basal em consequência da intercalação de um agente tensoativo, estearato de sódio precipitado na forma de estearato de cálcio ou lauril sulfato de sódio ou propil sulfato de sódio precipitado na forma de um sal entre as lamelas do mineral; o estearato de cálcio ou o lauril sulfato de cálcio ou o propil sulfato de cálcio ou qualquer agente tensoativo atua também como agente de intumescimento e ao mesmo tempo como modificador de superfície do mineral; a argila modificada apresenta um elevado espaçamento basal e estabilidade térmica na faixa de temperatura empregada no processamento dos polímeros de interesse neste trabalho (cerca de 220 °C), além de possuir grupos funcionais em sua superfície que permitem uma boa adesão com matrizes poliméricas.





PI1001312-1

1 / 19

“PROCESSO DE OBTENÇÃO DE NANOARGILA MODIFICADA PARA A PRODUÇÃO DE NANOCOMPÓSITOS POLIMÉRICOS E NANOARGILA MODIFICADA”

CAMPO DA INVENÇÃO

5 A presente invenção trata de um novo método de obtenção de uma nanoargila organofílica a partir do tratamento químico de uma argila pura natural com um agente tensoativo derivado de ácido carboxílico ou derivado de alquil sulfato ou propil sulfato, de um agente químico que modifica o agente tensoativo no interior da argila e da argila propriamente dita.

FUNDAMENTO DA INVENÇÃO

10 Argila é uma rocha finamente dividida, constituída essencialmente por argilominerais, podendo conter outros minerais como calcita, dolomita, gipsita, quartzo, aluminita, piritita, etc., matérias orgânicas e outras impurezas. São minerais geralmente cristalinos; quimicamente
15 constituídos de silicatos de alumínio hidratados, podendo conter outros elementos, como ferro, magnésio, lítio, potássio, sódio, entre outros [Patente, PI 0601384-8 A].

Os principais fatores que controlam as propriedades das argilas são a composição mineralógica, distribuição granulométrica de suas partículas, teor em eletrólitos de íons trocáveis e sais solúveis, natureza e teor de matéria
20 orgânica e textura. Variações na natureza química e estrutural entre os materiais argilosos proporcionam aplicações em diversos campos. As mais comuns e importantes são nas indústrias de papéis, plásticos e borrachas. As argilas também são utilizadas por suas propriedades catalíticas e por sua
25 habilidade de absorver gorduras e outras matérias orgânicas [Patente, PI 0601384-8 A].

Os argilominerais cristalinos podem ser divididos em duas classes gerais: 1) *Argilominerais com estrutura em lamelas* – também denominados silicatos em folha ou filossilicatos. Estes podem ser subdivididos
30 em grupos ou famílias: i) lamelas 1:1 ou difórmicos; ii) lamelas 2:1 ou trifórmicos. A nomenclatura 1:1 e 2:1 se deve ao número de camadas de tetraedros de óxido de silício (SiO_4) e de octaedros de óxido de alumínio (Al_2O_3) que entram na constituição da cela unitária da estrutura cristalina do

argilomineral; 2) *Argilominerais com estrutura fibrosa* – estes são constituídos por apenas dois componentes, a sepiolita e a paligorsquita, este último também chamado de atapulgita [Patente, PI 0601384-8 A. Patente, PI 0515822-2 A].

A estrutura em lamelas é a mais comum entre os argilominerais. Estes compostos também podem ser subdivididos com base nas seguintes propriedades: *i)* na distância interplanar de 0,7 nm nos argilominerais 1:1 (caulinita), de 1 nm nos argilominerais 2:1 anidros e de 1,4 nm nos argilominerais hidratados; *ii)* no grau de substituição na camada octaédrica de Al_2O_3 da cela unitária; *iii)* na possibilidade das lamelas se expandirem pela introdução de moléculas polares, aumentando assim a distância interplanar; *iv)* no tipo de arranjo cristalográfico ao longo dos eixos, que distingue as espécies minerais de um mesmo grupo [Patente, PI 0601384 8 A].

O principal grupo de minerais argilosos com estrutura em lamelas são aqueles denominados filossilicatos (*phylos*, do grego, folhas). Neste grupo encontram-se os argilominerais do grupo da montmorilonita, que apresentam fórmula geral $\text{M}_x(\text{Al}_{4-x}\text{Mg}_x)\text{Si}_8\text{O}_{20}(\text{OH})_4$ e são constituídos por uma folha central formada de octaedros de óxido de alumínio localizada entre duas folhas de tetraedros de silicato. As folhas são conectadas entre si pelo compartilhamento de centros de oxigênio dos poliedros de coordenação. Estas unidades são contínuas nas direções *a* e *b*, segundo as coordenadas cristalográficas, e encontram-se empilhadas umas sobre as outras. As forças que mantêm as folhas unidas são relativamente fracas, o que torna possível a intercalação de íons ou moléculas entre elas, muitas vezes espaçando-as. Nas folhas octaédricas, alguns centros de Al^{3+} podem ser substituídos isomorficamente por íons Mg^{2+} , o que leva a um acúmulo de carga negativa distribuído entre as lamelas. O balanço de cargas é conseguido pela inserção de contra-íons positivos entre estas lamelas, sendo estes tipicamente íons sódio, comumente chamados de cátions trocáveis [Patente, PI 0601384-8 A. Patente, PI 0515822-2 A. Paiva, L. B.; Morales A. R.; Diaz, F. R. V.. Argilas organofílicas: características, metodologias de preparação, compostos de intercalação e técnicas de caracterização. Cerâmica, v. 54, p. 213-226, 2008. Coelho, A. V. C.; Santos, P. S.; Santos, H. S.. Argilas especiais: argilas

quimicamente modificadas: Uma revisão. Química Nova, v. 30, p. 1282-1294, 2007. Paul, D. R.; Roberson, L. M.. Polymer nanotechnology: Nanocomposites. Polymer, 49, 3187-3204, 2008].

Quando argilominerais montmoriloníticos no estado natural, anidros, são colocados em contato com água, os cátions trocáveis se hidratam e, com isto, as moléculas do solvente se inserem entre as lamelas. Este processo, chamado de inchamento, faz com que o espaçamento basal aumente, chegando à separação total das lamelas quando as distâncias interplanares ficam superiores a 4 nm. As ligações fracas entre estas estruturas e o elevado grau de substituição isomórfica tornam fácil a clivagem em meio líquido das partículas de argilominerais montmoriloníticos. Devido a estas características, as partículas de montmorilonita são, em geral, de pequeno tamanho e extremamente finas [Paul, D. R.; Roberson, L. M.. Polymer nanotechnology: Nanocomposites. Polymer, 49, 3187-3204, 2008].

A propriedade inerente de inchamento das argilas torna possível a modificação química da superfície de suas estruturas. Após a realização deste processo, os íons Na^+ entre as lamelas (os argilominerais montmoriloníticos podem conter outros contra-íons inseridos entre suas lamelas. No entanto, o mais comum são as estruturas contendo íons sódio) ficam susceptíveis à troca por outros cátions, através de reações químicas estequiométricas. O principal foco da modificação química das argilas vem sendo direcionado à ciência dos materiais, cujo objetivo é a obtenção de argilas organofílicas para aplicação em nanocompósitos poliméricos. As argilas modificadas são empregadas como aditivos (agentes de reforço, de barreira e de controle reológico) em diversos termoplásticos e elastômeros, sendo o seu uso de grande importância comercial [Sinha Ray, S.; Okamoto, M.. Polymer/layered silicate nanocomposites: A review from preparation to processing. Progress in Polymer Science, v. 28, p. 1539-1641, 2003].

As propriedades dos compósitos polímero/argila obtidos estão fortemente relacionadas com o grau de delaminação e dispersão da argila na matriz polimérica. Quando a argila encontra-se dispersa em escala nanométrica, o produto obtido é chamado de nanocompósito. Nesta escala, mesmo em pequenas quantidades (geralmente inferiores a 5 % em massa), a

presença das argilas exibe melhorias nas propriedades mecânicas, térmicas, óticas e físico-químicas dos polímeros, em comparação aos polímeros puros e aos compósitos poliméricos tradicionais [Patente, PI 0701345-0 A2. Patente, PI 0701188-1 A2. Paul, D. R.; Roberson, L. M.. Polymer nanotechnology: Nanocomposites. Polymer, 49, 3187-3204, 2008. Camargo, P. H. C.; Satyanarayana, K. G.; Wypych, F.. Nanocomposites: Synthesis, Structure, Properties and New Application Opportunities. Materials Research, 12, 1-39, 2009].

O campo de aplicação dos polímeros tem sido largamente ampliado nos últimos anos, ocupando espaços antes pertencentes aos outros materiais como as cerâmicas e metais [Camargo, P. H. C.; Satyanarayana, K. G.; Wypych, F.. Nanocomposites: Synthesis, Structure, Properties and New Application Opportunities. Materials Research, 12, 1-39, 2009]. Estas novas aplicações requerem, necessariamente, novas propriedades muitas vezes não alcançadas com o emprego do polímero puro. É dentro deste contexto que está inserido o ramo da química de materiais que trata da modificação das propriedades destes sólidos, através da preparação de nanocompósitos polímero/nanoargila. Estas nanoargilas também são convenientemente chamadas de nanocargas. A utilização de nanocargas permite o melhoramento das propriedades de barreira, estabilidade térmica e dimensional, retardância à chama e propriedades mecânicas com o emprego de baixos teores de carga (até 5 % em massa) o que os diferencia dos compósitos tradicionais, onde a porcentagem em massa pode chegar a 40 %. O interesse nos nanocompósitos polímero/nanoargila cresceu rapidamente desde a descoberta feita por um grupo de pesquisadores da Toyota. Eles obtiveram nanocompósitos de nylon-6/argila organofílica por meio do processo de polimerização *in situ* da ϵ -caprolactona. O resultado foi uma melhoria significativa em diversas propriedades quando comparadas àquelas do polímero puro [Ray, S. S.; Okamoto, M.. Polymer/layered silicate nanocomposites: a review from preparation to processing. Progress in Polymer Science, v. 28, p. 1539-1641, 2003].

Dependendo da natureza dos componentes usados e do método de preparação, dois tipos de nanocompósitos polímero/nanoargila

podem ser obtidos: i) Nanocompósitos com estrutura intercalada: são formados quando a cadeia polimérica está intercalada entre as lamelas de um silicato, resultando em uma morfologia em multicamadas bem ordenada, com alternância entre as fases inorgânica e orgânica; ii) Nanocompósitos com estrutura esfoliada: são formados quando as lamelas das argilas estão dispersas uniformemente (esfoliadas) como entidades individuais em uma matriz polimérica contínua [Camargo, P. H. C.; Satyanarayana, K. G.; Wypych, F.. Nanocomposites: Synthesis, Structure, Properties and New Application Opportunities. Materials Research, 12, 1-39, 2009]. A Figura 1 traz uma representação esquemática das estruturas destes tipos de nanocompósitos. Análises por difratometria de raios X e microscopia eletrônica de transmissão são usualmente empregadas na caracterização estrutural destes materiais [Patente, PI 0601384-8 A].

Diferentes metodologias podem ser empregadas na preparação de nanocompósitos polímero/nanoargila. Os quatro principais processos são: i) Esfoliação-adsorção; ii) Intercalação por polimerização *in situ*; iii) Intercalação no estado fundido; iv) Síntese em matriz polimérica.

O primeiro relato que demonstra a possibilidade de obtenção de nanocompósitos diretamente por intercalação do polímero fundido foi aquele feito por Giannelis e colaboradores [Vaia, R. A.; Giannelis, E. P.. Lattice of polymer melt intercalation in organically-modified layered silicates. Macromolecules, v. 30, p. 7990-7999, 1997]. Esta metodologia tornou-se o principal meio de obtenção destes materiais, por ser a alternativa mais eficiente, simples e econômica. Além disso, é uma técnica ambientalmente apropriada e compatível com processos industriais por não utilizarem solventes.

Nesta técnica, o polímero fundido é misturado com a argila de forma a permitir a intercalação das cadeias poliméricas entre as suas lamelas. Dependendo do grau de penetração do polímero entre estas lamelas, os nanocompósitos são obtidos com estruturas variando de intercalada à delaminada. Os materiais poliméricos resultantes de uma expansão finita das lamelas produzem nanocompósitos intercalados. Quando a penetração das cadeias poliméricas é suficiente para aumentar a distância interlamelar, a ponto

de anular o efeito das forças atrativas entre as mesmas, obtém-se um nanocompósito delaminado, onde as lamelas passam a se comportar como entidades individuais dispersas na matriz polimérica [Paul, D. R.; Roberson, L. M.. Polymer nanotechnology: Nanocomposites. Polymer, 49, 3187-3204, 2008].

5 A modificação empregando sais de amônio introduz um caráter hidrofóbico à argila, reduzindo sua tensão superficial e, conseqüentemente melhorando a compatibilidade com a matriz polimérica. Este processo também aumenta o espaçamento entre as lamelas, facilitando a intercalação do polímero e com isto, a delaminação da argila. As argilas modificadas pelos sais
10 de alquilamônio e alquilfosfônio são conhecidas como argilas organofílicas. Estas argilas são, atualmente, um dos principais precursores para a obtenção de nanocompósitos. Porém, estas apresentam algumas limitações frente às exigências na área de materiais compósitos [Patente, PI 0601384-8 A].

É conhecido que as propriedades de materiais compósitos
15 estão fortemente relacionadas com o grau de dispersão da partícula inorgânica assim como do grau de interação da matriz polimérica com a mesma. A argila, ao ser tratada com alguns sais de amônio, por exemplo, apresenta fraca interação lamela-lamela e partícula-partícula. Devido a isto, ela sofre um alto grau de delaminação e, portanto, de dispersão da argila na matriz do polímero.
20 No entanto, este tratamento químico resulta ao mesmo tempo em uma fraca interação com o polímero. Em vista disso, apesar do nanocompósito apresentar um elevado grau de delaminação da argila na matriz polimérica, dados de literatura mostram que, em alguns casos, não foram obtidas propriedades mecânicas superiores à de compósitos tradicionais.

25 O fato de alguns sais de amônio bloquearem o acesso das cadeias poliméricas aos sítios polares da argila é o que causa a fraca interação entre o polímero e esta carga. Além disso, os sais de amônio usualmente empregados na modificação química não possuem grupos funcionais em suas estruturas capazes de promover ligação química com a argila ou mesmo uma
30 interação adequada com esta matriz [Pinavaia, T. J.; et al. Homostructured mixed organic and inorganic cation exchange tapered compositions. Int C13B22 C01B 033/24. US 5,993,769. 14 May 1998, 30 Nov. 1999].

Outro fator importante está relacionado à baixa estabilidade

térmica dos sais de amônio [Park, C. I.; et al. The fabrication of syndiotactic polystyrene/organophilic clay nanocomposites and their properties. Polymer, v. 42, p. 7465-7475, 2001]. Conforme já descrito, o principal método de obtenção do nanocompósito é via intercalação ao polímero no estado fundido. Neste método, a mistura do polímero com a argila é realizada em equipamentos como extrusoras, calandras, misturadores internos, entre outros. A mistura polietileno/argila é submetida a altas temperaturas e altas taxas de cisalhamento. Sob estas condições, os sais de amônio não são suficientemente estáveis, sofrendo eliminação de Hoffman [Fornes, T. D.; Yoon, P. J.; Paul, D. R.. Polymer matrix degradation and color formation in melt processed nylon 6/clay nanocomposites. Polymer, v. 44, p. 7545-7556, 2003].

Análises termogravimétricas revelaram que a degradação dos sais de amônio ocorre em temperaturas próximas de 180 °C sob atmosfera não oxidante. Como muitos polímeros são processados em temperaturas próximas ou superiores a 180 °C, os produtos oriundos da degradação dos sais de amônio podem atuar como pró-degradantes da matriz polimérica, induzindo o aparecimento de cor e comprometendo a estabilidade térmica e propriedades do produto final [Patente, PI 0601384-8 A].

Em vista das limitações mencionadas acima, há a necessidade de se desenvolver novos processos de modificação química da argila que venham a substituir os tradicionais sais de amônio por outros agentes modificadores. Isto está baseado no sentido de atender os requisitos de estabilidade térmica, capacidade de intumescimento do mineral, bem como o de promover uma melhora na interação entre o mineral e o polímero.

BREVE DESCRIÇÃO DA INVENÇÃO

A presente invenção relata uma nova metodologia para a produção de argila expandida a partir da modificação química de uma argila pura por um agente tensoativo derivado principalmente de um ácido carboxílico, ou outro tensoativo que tenha as características desejadas, como por exemplo, um derivado de alquil ou propil sulfato. A argila é submetida a um tratamento químico, em solução aquosa, na presença do agente tensoativo adequado, sob auxílio de agitação mecânica. O agente tensoativo em questão também atua como agente de intumescimento, isto é, aumenta o espaçamento

entre as lamelas da argila. Uma vez expandida, e estando o tensoativo em seu interior separando suas lamelas, um agente químico com capacidade de reagir com o tensoativo é introduzido na solução contendo a argila, a fim de alterar as características do tensoativo, de modo a fazer com que o mesmo precipite no interior das lamelas. Ao mesmo tempo, o agente tensoativo atua como modificador de superfície do mineral, deixando em sua superfície grupos funcionais apolares capazes de atuar como modificadores de polaridade da argila, a qual se torna hidrofóbica, podendo, desta forma, interagir fortemente com uma matriz polimérica apolar.

A argila expandida, obtida pelo método descrito por esta invenção, apresenta um espaçamento basal comparável àqueles das argilas organofílicas obtidas através da modificação química da argila pura por sais de amônio. O custo associado ao método descrito na presente invenção é estimado como sendo 3 vezes inferior aos métodos que utilizam sais de amônio, baseando-se nos preços obtidos através dos fornecedores do agente tensoativo derivado de ácido carboxílico ou derivado de alquil ou propil sulfato e de diferentes sais de amônio primário, terciário e quartenário disponíveis no mercado.

A argila expandida obtida por este novo método possui estabilidade térmica na faixa de temperatura de processamento dos polímeros de interesse neste trabalho (cerca de 220 °C). Esta estabilidade previne a perda das propriedades mecânicas e físicas do polímero em função de uma possível degradação durante o processamento com a argila.

Com isto, os objetivos a serem alcançados com a presente invenção são os seguintes:

- 1) Substituição de sais de amônio por outro agente modificador que apresente estabilidade térmica na faixa de temperatura de processamento dos polímeros de interesse neste trabalho;
- 2) Substituição de sais de amônio por outro agente modificador de menor custo;
- 3) Recobrimento da superfície da argila com um agente modificador que tenha a capacidade de atuar como promotor de adesão entre o polímero e o mineral;

- 4) Obtenção de uma argila modificada com potencial de atuar como agente de reforço em matrizes poliméricas;
- 5) Obtenção de uma argila modificada com potencial de atuar como agente de barreira a gases em matrizes poliméricas.

5 DESCRIÇÃO DAS FIGURAS

A presente invenção será pormenorizadamente descrita com base nas figuras abaixo relacionadas, nas quais:

- a figura 1 ilustra a representação esquemática da estrutura de dois tipos de compósitos oriundos da interação entre agentes modificadores de superfície com polímeros;
- a figura 2 ilustra a representação esquemática da estrutura de uma montmorilonita de sódio, adaptada da referência Polymer, v. 49, p. 3187-3204, 2008;
- a figura 3 apresenta os espectros de absorção na região do infravermelho da argila pura e modificada;
- a figura 4 apresenta os difratogramas de raios X obtidos para argila pura e modificada;
- a figura 5 ilustra a curva termogravimétrica da argila pura; e
- a figura 6 ilustra a curva termogravimétrica da argila modificada.

DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO

- A argila empregada na presente invenção é natural, pertence a
- 10 família dos filossilicatos, preferencialmente do grupo 2:1. Sua estrutura em lamelas é constituída por tetraedros de sílica e octaedros de óxido de alumínio. Nas posições tetraédricas pode haver substituição isomórfica de sítios de Si^{4+} por Al^{3+} e nas posições octaédricas, o cátion pode ser Al^{3+} , Mg^{2+} , Fe^{2+} ou outro. Uma representação esquemática da estrutura de uma montmorilonita de sódio
- 15 é mostrada na Figura 2 [Patente, PI 0601384-8 A. Patente, PI 0515822-2 A. Camargo, P. H. C.; Satyanarayana, K. G.; Wypych, F.. Nanocomposites: Synthesis, Structure, Properties and New Application Opportunities. Materials Research, 12, 1-39, 2009. Coelho, A. V. C.; Santos, P. S.; Santos, H. S.. Argilas especiais: argilas quimicamente modificadas: Uma revisão. Química
- 20 Nova, v. 30, p. 1282-1294, 2007. Paul, D. R.; Roberson, L. M.. Polymer nanotechnology: Nanocomposites. Polymer, 49, 3187-3204, 2008].

O agente tensoativo derivado de ácido carboxílico recomendado para esta invenção é o estearato de sódio, $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COO}^-\text{Na}^+$. O agente tensoativo derivado de alquil sulfato recomendado para esta invenção é o lauril sulfato de sódio, $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{11}\text{SO}_4^-\text{Na}^+$. Contudo, todos os ácidos carboxílicos, alquil sulfatos e propil sulfatos na forma de sal de sódio ou potássio, que precipitem quando na presença de um sal de cálcio, bário, magnésio, ferro, alumínio, prata ou cobre (qualquer elemento que possibilite a precipitação do agente interfacial quando no interior da argila), podem ser utilizados nesta invenção.

10 Na presente invenção, a quantidade do agente tensoativo recomendada para a obtenção da argila modificada é de até 64 %, baseada na massa da argila pura.

Na presente invenção, emprega-se um sal de metal (alcalino terroso ou, por exemplo, Al, Fe, Cu ou Ag) para a precipitação do agente modificador entre as lamelas da argila, mantendo a mesma com o espessamento adequado para aplicação no polímero, o qual pode ser qualquer termoplástico ou polímero de engenharia. Recomenda-se o uso de cloreto de cálcio, no entanto, esta recomendação não limita a invenção à forma aqui revelada. Outros sais podem também ser empregados. Por exemplo, citamos o cloreto de magnésio, cloreto de alumínio ou os cloretos de ferro, alumínio, prata ou cobre. Da mesma forma, podem ser empregados os mesmos cátions com os ânions fluoreto, brometo e iodeto.

25 No processo de tratamento químico da argila, é recomendado o emprego de água como solvente. Na presente invenção, não há a necessidade de correções no pH deste solvente.

O método de obtenção de argila expandida com o uso do agente tensoativo derivado de ácido carboxílico ou derivado de alquil sulfato ou propil sulfato, método este que é um dos objetos da presente patente, apresenta as seguintes etapas:

- 30 1. Transferir o volume adequado de água à um recipiente, a fim de proceder o inchamento da argila;
2. Inchar a argila em água;
3. Manter a mistura argila/água em repouso por, no mínimo, 20 h, mais

preferencialmente, 24 h;

4. Agitar mecanicamente e vigorosamente a mistura argila/água por 20 min;
5. Manter a suspensão, após agitação, em repouso por, no mínimo, 20 h, mais preferencialmente, 24 h;
6. Filtrar a suspensão em malha ABNT 200 mesh;
7. Preparar uma solução contendo o agente tensoativo derivado de ácido carboxílico e mantê-la à temperatura entre 55 °C – 75 °C, mais preferencialmente entre 60 °C – 70 °C e muito mais preferencialmente que esteja a 65 °C. No caso dos agentes tensoativos derivados de alquil sulfato ou propil sulfato não há a necessidade de aquecer a solução acima da temperatura ambiente;
8. Adicionar a solução do agente tensoativo derivado de ácido carboxílico, derivado de alquil sulfato ou derivado de propil sulfato, na temperatura especificada no item acima, à argila inchada em água e manter a suspensão argila/água sob agitação mecânica vigorosa por 20 min;
9. Manter a suspensão em repouso por, no mínimo, 20 h, mais preferencialmente, 24 h;
10. Aquecer a mistura de reação a uma temperatura entre 55 °C – 75 °C, mais preferencialmente entre 60 °C – 70 °C e muito mais preferencialmente que esteja a 65 °C. A mistura de reação preparada com os agentes tensoativos derivados de alquil sulfato ou de propil sulfato não necessitam de aquecimento acima da temperatura ambiente;
11. Adicionar à mistura de reação, sob agitação mecânica vigorosa, uma suspensão contendo um elemento químico na forma de sal de halogeneto (por exemplo, cloreto de cálcio). Deixar a mistura reacional sob agitação por 20 min;
12. Manter a mistura de reação em repouso por 24 h;
13. Findo o tempo de reação, filtrar a mistura usando tela com malha ABNT 500 mesh. O material também pode, antes da filtração, receber a adição de álcool etílico, para facilitar a filtração e secagem. Para cada parte da suspensão contendo a argila modificada, 2 partes do álcool etílico (mistura 1:2). Também é possível preparar misturas da suspensão argila

modificada: álcool etílico com as seguintes proporções: 1:1 e 1:3, sem mudanças nas características do produto final;

14. Secar a argila modificada à temperatura de 65 °C até que esteja completamente livre de água;
- 5 15. Moer a argila modificada em moinho de bolas por um período de tempo suficiente para que as partículas da argila passem por malha ABNT 250 mesh.

A argila modificada, obtida através do processo acima explanado, possui algumas características importantes, não observadas em
10 argilas modificadas por processos pertencentes ao estado da técnica. Estas características são:

- Elevado espaçamento basal, o que facilita a intercalação de macromoléculas, como polímeros;
- 15 • Estabilidade térmica na faixa de temperatura de processamento dos polímeros de interesse neste trabalho, o que previne a perda de propriedades físicas, mecânicas e térmicas de matrizes poliméricas durante eventuais etapas de processamento que envolva altas taxas de cisalhamento e temperaturas;
- 20 • Existência de grupos funcionais apolares em sua superfície, o que permite uma boa adesão com diversas matrizes poliméricas;
- Custos inferiores em relação às argilas organofílicas baseadas em sais de amônio;
- Baixa toxidez do agente interfacial comparado com os sais de amônio.

De modo a ilustrar mais claramente a presente invenção, três
25 exemplos são descritos abaixo. Deve-se considerar que estes exemplos são apenas ilustrativos e não limitam a invenção divulgada aqui.

EXEMPLO 1 – Preparação da argila modificada produzindo o estearato do sódio *in situ*

30 Primeiramente, 300 g da argila pura foram inchados em 7500 mL de H₂O. O procedimento é realizado pelo espalhamento de pequenas quantidades da argila sobre a superfície da água. Quando esta absorvia água e precipitava, espalhava-se mais argila sobre a água. O procedimento foi repetido até que toda a argila foi adicionada à água. O tempo total para este

procedimento é dependente da quantidade de argila a ser inchada. Depois disso, a mistura resultante foi mantida em repouso por 24 h.

Transcorrido este período, a mistura argila/água foi colocada em um liquidificador industrial de capacidade para 25 L, e mantida sob agitação por 20 min. Após a agitação, a suspensão resultante foi mantida em repouso por 24 h. Em seguida, a suspensão foi filtrada por malha ABNT 200 mesh e colocada novamente dentro do liquidificador industrial. Paralelamente, preparou-se uma solução incolor contendo 24 g de NaOH em 3750 mL de água. A solução foi aquecida a 65 °C e em seguida recebeu a adição de 168 g de ácido esteárico. O estearato de sódio assim produzido foi diluído pela adição de 3750 mL de água, levando a um volume final da solução de estearato de sódio de 7500 mL. A solução de estearato de sódio a 65 °C foi adicionada, sob agitação, à suspensão de argila que estava no liquidificador e a mistura resultante foi mantida sob agitação por 20 min. Passado este tempo, foi mantida em repouso por 24 h. Após as 24 h de repouso, a mistura reacional transformou-se em um gel. Este gel foi transferido para um recipiente adequado e, conforme foi sendo aquecido voltou à fase líquida. Quando a suspensão atingiu 65 °C foi transferida novamente para o liquidificador e recebeu a adição imediata de uma suspensão contendo 49,05 g de CaCl₂ em 900 mL de H₂O e deixou-se a mistura reacional sob agitação por 20 min e depois, em repouso por 24 h.

Terminada a reação, a suspensão contendo a argila modificada recebeu a adição de álcool etílico (relação de 1:2, argila modificada : álcool etílico). Após a adição do álcool, a mistura resultante foi mantida em repouso por 24 h e depois filtrada por malha ABNT 500 mesh. A fase sólida, isolada através da filtração, foi secada à temperatura de 65 °C até que ficasse completamente seca. A argila modificada foi, em seguida, transferida para um moinho de bolas de capacidade para 10 L e mantida sob moagem até que suas partículas passassem por malha ABNT 250 mesh.

EXEMPLO 2 – Preparação da argila modificada empregando estearato de sódio

Primeiramente, 300 g da argila pura foram inchados em 7500 mL de H₂O. O procedimento foi realizado conforme descrito no EXEMPLO 1.

Depois disso, a mistura resultante foi mantida em repouso por 24 h.

Transcorrido este período, mistura argila/água foi colocada em um liquidificador industrial de capacidade para 25 L, e foi mantida sob agitação por 20 min. Após a agitação, a suspensão resultante foi mantida em repouso por 24 h. Transcorrido este período a suspensão foi filtrada por malha ABNT 200 mesh e colocada novamente dentro do liquidificador industrial. Paralelamente, preparou-se uma solução, à 65 °C, contendo 192 g de estearato de sódio em 7500 mL de água. A solução foi, ainda a 65 °C, adicionada, sob agitação, à suspensão de argila que estava no liquidificador e a mistura resultante foi mantida sob agitação por 20 min. Depois disso, foi deixada em repouso por 24 h. Após o repouso, a mistura reacional, em forma de um gel foi transferida para um recipiente adequado e, conforme foi sendo aquecido voltou à fase líquida. Quando a mistura atingiu 65 °C, foi transferida novamente para o liquidificador e recebeu a adição imediata de uma suspensão contendo 49,05 g de CaCl_2 em 900 mL de H_2O . Deixou-se a mistura reacional sob agitação por 20 min e depois, em repouso por 24 h.

Terminada a reação, a argila modificada foi isolada, secada e moída conforme descrito no EXEMPLO 1.

EXEMPLO 3 – Preparação da argila modificada pela incorporação direta de estearato de sódio

Primeiramente, 300 g da argila pura foram inchados em 7500 mL de H_2O . O procedimento foi realizado conforme descrito no EXEMPLO 1. Depois disso, a mistura resultante foi mantida em repouso por 24 h.

Transcorrido este período, a mistura argila/água foi colocada em um liquidificador industrial de capacidade para 25 L, e foi mantida sob agitação por 20 min. Após a agitação, a suspensão resultante foi mantida em repouso por 24 h. Em seguida, foi transferida para um recipiente adequado, recebeu a adição de 7500 mL de água e foi aquecida à temperatura de 65 °C. Depois de aquecida, foi mantida sob agitação, no liquidificador industrial, e recebeu a adição lenta de 192 g de estearato de sódio. Após a adição completa do estearato, a mistura reacional foi mantida sob agitação por 20 min e depois, permaneceu em repouso por 24 h. Após o repouso, a mistura reacional, na forma de um gel foi transferida para um recipiente adequado e, conforme foi

sendo aquecido voltou à fase líquida. Quando a mistura atingiu 65 °C, foi transferida novamente para o liquidificador e recebeu a adição imediata de uma suspensão contendo 49,05 g de CaCl_2 em 900 mL de H_2O . Deixou-se a mistura reacional sob agitação por 20 min e depois, em repouso por 24 h.

5 Terminada a reação, a argila modificada foi isolada, secada e moída conforme descrito no EXEMPLO 1.

EXEMPLO 4 – Preparações da argila modificada empregando soluções / suspensões com diferentes concentrações dos reagentes (reações empregando estearato de sódio)

10 Também foram testadas reações com mudanças nas concentrações dos reagentes, sem mudanças nas características do produto final. As variações nas concentrações foram realizadas para os três exemplos descritos acima, conforme segue: (i) A suspensão de argila/água obtida após a etapa de inchamento possui concentração de 4 % de argila em água.

15 Concentrações entre 2 – 4 % também podem ser empregadas; (ii) A solução do estearato de sódio possui concentração de 2,6 % deste reagente em água. Concentrações entre 3,0 – 5,2 % também podem ser empregadas; (iii) A solução de CaCl_2 possui concentração de 2,12 % do sal em água. Concentrações entre 3,0 – 4,24 % também podem ser empregadas.

20 Em relação ao isolamento da argila modificada, o procedimento é realizado através de filtração por malha ABNT 500 mesh, conforme descrito no EXEMPLO 1. Modificações no processo de filtração também foram realizadas sem mudanças nas características do produto final. Desta forma, a argila modificada também pode ser isolada através de filtração por papel de

25 filtro analítico, através de filtração a vácuo, empregando um funil de Buchner ou através de filtração empregando um filtro de poliéster com retenção de líquido de 10 micra.

EXEMPLO 5 – Preparação da argila modificada empregando lauril sulfato de sódio

30 Primeiramente, 50 g da argila pura foram inchados em 1250 mL de H_2O . O procedimento foi realizado conforme descrito no EXEMPLO 1. Depois disso, a mistura resultante foi mantida em repouso por 24 h.

Transcorrido este período, a mistura argila/água foi colocada

sob agitação, em agitador magnético, por 20 min. Após a agitação, a suspensão resultante foi mantida em repouso por 24 h. Em seguida, a suspensão foi filtrada pela passagem através de malha ABNT 250 mesh para retirada de possíveis contaminantes.

5 Paralelamente, preparou-se uma solução contendo 30 g de lauril sulfato de sódio em 200 mL de água. Esta solução foi, então, adicionada lentamente à suspensão de argila. Após a adição completa da solução de lauril sulfato de sódio, a mistura reacional foi mantida sob agitação por 20 min e depois, permaneceu em repouso por 24 h.

10 Após o repouso, a mistura reacional foi submetida novamente a uma filtração pela passagem através de malha ABNT 250 mesh para retirada de possíveis contaminantes. Depois disso, recebeu a adição de uma suspensão contendo 5,77 g de CaCl_2 em 62 mL de H_2O , foi mantida sob agitação por 20 min e depois, em repouso por 24 h. Após este período, a
15 mistura reacional foi colocada para secagem em estufa a 60 °C por tempo suficiente para que a argila modificada estivesse livre de água.

EXEMPLO 6 – Preparações da argila modificada empregando soluções / suspensões com diferentes concentrações dos reagentes (reações empregando lauril sulfato de sódio)

20 O método de obtenção da argila modificada com o uso de lauril sulfato de sódio, conforme descrito no EXEMPLO 5, também foi empregado em reações contendo diferentes concentrações dos reagentes. As variações nas concentrações para o EXEMPLO 5 foram as seguintes: (i) A suspensão de argila/água obtida após a etapa de inchamento possui concentração de 4 % de
25 argila em água. Concentrações entre 2 – 4 % também podem ser empregadas; (ii) A solução de lauril sulfato de sódio possui concentração de 13 % deste reagente em água. Concentrações entre 10 – 15 % também podem ser empregadas; (iii) A solução de CaCl_2 possui concentração de 8,5 % deste sal em água. Concentrações entre 3,0 – 10,0 % também podem ser empregadas.

30 Outras alterações realizadas na metodologia descrita no EXEMPLO 5 são: (i) a argila modificada pode ser isolada através de uma filtração por peneira com malha ABNT 500 mesh antes da etapa de secagem; (ii) a mistura de reação pode receber a adição de álcool etílico, na mesma

proporção descrita no EXEMPLO 1, antes da etapa de filtração e/ou secagem.

Para caracterizar a estrutura dos materiais obtidos pelas metodologias descritas em todos os EXEMPLOS descritos acima foram utilizadas as técnicas de espectroscopia de absorção na região do infravermelho (FTIR) e difratometria de raios X de pó (DRX). As argilas modificadas, isoladas através dos procedimentos descritos nos EXEMPLOS 1, 2, 3 e 4 mostraram resultados de caracterização estrutural muito semelhantes entre si, o que indica que o mesmo produto está sendo formado através destas metodologias. O mesmo padrão de comportamento foi observado para os produtos obtidos a partir das metodologias sintéticas descritas nos EXEMPLOS 5 e 6. Para ilustrar a caracterização das argilas modificadas, uma vez que os resultados são semelhantes entre si, o texto que segue mostra apenas um resultado de caracterização para cada técnica utilizada.

Os espectros de FTIR revelaram para a argila, pura e modificada, vibrações de estiramento estrutural hidroxílico próprio da argila, em 3643 cm^{-1} ; vibrações de estiramento do grupo OH referente à água interlamelar e adsorvida na esmectita, em 3411 e 1642 cm^{-1} , respectivamente; vibrações do grupo Si-O, em 1033 cm^{-1} e vibrações Al-O-Si e Si-O-Si em torno de 531 e 459 cm^{-1} . No material modificado, por sua vez, a presença bandas em 2928 e 2859 cm^{-1} correspondentes aos modos vibracionais assimétrico e simétrico do grupo CH_2 , respectivamente; e vibrações de flexão do grupo CH_3 na faixa 1474 cm^{-1} , evidenciou a intercalação do agente modificador nos espaços interlamelares da sua estrutura. Os espectros registrados são apresentados na Figura 3.

A Figura 4 mostra a comparação entre os difratogramas de raios X da argila pura e da argila modificada. Na análise destes difratogramas, pode ser observado o aparecimento de três novos picos de difração em valores menores de 2θ , ou seja, maiores distâncias interlamelares ($12,6\text{ Å}$, para a argila pura, *versus* $53,4\text{ Å}$, $25,3\text{ Å}$ e $16,6\text{ Å}$, para a modificada). Este resultado indica a eficiência na metodologia empregada no processo de modificação química da argila.

Em conclusão, os espectros de absorção na região do infravermelho da argila natural e modificada evidenciaram a intercalação do agente modificador de superfície, fato que foi confirmando pelos dados de

difração de raios X de pó.

A descrição acima da presente invenção foi apresentada com o propósito de ilustração e descrição. Além disso, a descrição não tenciona limitar a invenção à forma aqui revelada. Em consequência, variações e modificações compatíveis com os ensinamentos acima e a habilidade ou conhecimento da técnica relevante estão dentro do escopo da presente invenção.

PROPRIEDADES TÉRMICAS

A análise termogravimétrica (TGA) foi utilizada para avaliar as propriedades térmicas da argila pura e modificada. As transformações térmicas da argila pura podem ser observadas na Figura 5. Entre 59,4 e 138,4 °C há um processo relacionado à perda de água adsorvida intercalada entre as lamelas da argila, coordenada aos cátions trocáveis [Guggenheim, S.; Koster, Van Groo.. Baseline studies of the clay minerals society source clays: Thermal analysis. Clay and Clay Minerals, v. 49, p. 433-443, 2001. Patente, PI 0601384 8 A]. A massa perdida acima de 587,9 °C é atribuída à desidroxilação da camada de alumina [Paiva, L. B.; Morales A. R.; Diaz, F. R. V.. Argilas organofílicas: características, metodologias de preparação, compostos de intercalação e técnicas de caracterização. Cerâmica, v. 54, p. 213-226, 2008].

Para a argila modificada (Figura 6), os primeiros processos de perda de massa, entre 47,6 °C e 113 °C são devido à evaporação de moléculas de água nos cátions interlamelares da montmorilonita modificada. O processo que ocorre entre 124 °C e 135 °C é relacionado à desidratação de moléculas de água do retículo cristalino. Na faixa entre 241,4 °C e 516,4 °C, a perda de massa está relacionada à queima do agente modificador inserido na estrutura da argila. Os dados mostram que o agente modificador é decomposto em uma temperatura superior àquela geralmente empregada nos processos de preparação de nanocompósitos com a maioria dos polímeros de interesse neste trabalho. O processo de perda de massa que ocorre na faixa entre 619,0 °C e 710,1 °C pode ser atribuído, assim como aquele observado na argila pura, à dessorção de água fisicamente adsorvida e desidroxilação da camada de alumina [Paiva, L. B.; Morales A. R.; Diaz, F. R. V.. Argilas organofílicas: características, metodologias de preparação, compostos de intercalação e técnicas de

caracterização. Cerâmica, v. 54, p. 213-226, 2008]. A maior perda de massa observada para a argila modificada (perda de massa total = 42,30 %), em relação à argila pura (perda de massa total = 14,52 %), já era esperada, uma vez que a presença do agente modificador, de origem orgânica, elevou a

5 quantidade de material carbonáceo no interior da argila.

REIVINDICAÇÕES

1. "PROCESSO DE OBTENÇÃO DE NANOARGILA MODIFICADA PARA A PRODUÇÃO DE NANOCOMPÓSITOS POLIMÉRICOS E NANOARGILA MODIFICADA", caracterizado pelo fato de compreender as seguintes etapas: 1) Transferir o volume adequado de água para um recipiente adequado para o inchamento da argila, de modo que a concentração final da suspensão seja de 4 % (m/v); suspensões com concentrações entre 2,0 – 4,0 % (m/v) também podem ser empregadas sem mudanças nas características do produto final; 2) Inchar a argila em água; 3) Manter a mistura argila/água em repouso por, no mínimo, 20 h, mais preferencialmente, 24 h; 4) Agitar mecânica e vigorosamente a mistura argila/água por 20 min; 5) Manter a suspensão, após agitação, em repouso por, no mínimo, 20 h, mais preferencialmente, 24 h; 6) Filtrar a suspensão por malha ABNT 200 mesh; 7) Preparar uma solução aquosa contendo o agente tensoativo derivado de ácido carboxílico e mantê-la à temperatura entre 50 °C e 90 °C, mais preferencialmente que esteja a 65 °C; para soluções aquosas contendo os agentes tensoativos derivados de alquil sulfato ou derivado de propil sulfato não é necessário aquecimento acima da temperatura ambiente; a concentração da solução do agente tensoativo é de 1,0 - 5,0 % (m/v) para derivados de ácidos carboxílicos e de 10-20 % (m/v) para derivados de alquil sulfatos (ou propril sulfatos); soluções com concentrações entre 2,0 – 5,0 % (m/v) (para derivados de ácidos carboxílicos) e entre 8,0 – 20,0 % (m/v) (para derivados de alquil sulfatos ou propil sulfatos) também podem ser empregadas sem mudanças nas características do produto final; 8) Adicionar a solução do agente tensoativo derivado de ácido carboxílico ou derivado de alquil sulfato (ou propril sulfato) à suspensão argila/água, sob agitação mecânica vigorosa por 20 min; 9) Manter a suspensão em repouso por, no mínimo, 20 h, mais preferencialmente, 24 h; 10) Aquecer a suspensão à uma temperatura entre 50 °C e 90 °C, mais preferencialmente que esteja a 65 °C; 11) Adicionar à suspensão, sob agitação mecânica vigorosa, uma suspensão contendo cloreto de cálcio em água, sob agitação mecânica vigorosa por 20 min; a concentração do CaCl_2 é de 1,0 - 5,0 % (m/v) para reações que empregam derivados de ácidos carboxílicos e de 5,0 - 10,0 % para reações que empregam derivados de alquil sulfatos (ou propril sulfatos) de

sódio; suspensões com concentrações entre 2,0 – 7,0 % (m/v) (para reações que empregam derivados de ácidos carboxílicos) e entre 1,0 – 15,0 % [para reações que empregam derivados de alquil sulfatos (ou propril sulfato) de sódio] também podem ser empregadas sem mudanças nas características do produto final; 12) Manter a suspensão em repouso por 24 h; 13) Transferir a suspensão para um recipiente adequado para a adição de álcool, no caso das reações que empregam derivados de ácidos carboxílicos; 14) Adicionar, para cada parte da suspensão contendo a argila modificada, 2 partes de um álcool etílico (mistura 1:2); também é possível preparar misturas da suspensão argila modificada : álcool etílico com as seguintes proporções: 1:1 e 1:3, sem mudanças nas características do produto final; também é possível não se utilizar o álcool, procedendo a secagem direta do produto passando-o primeiramente por uma filtração; 15) Manter a mistura preparada em repouso por, no mínimo, 24 h; 16) Filtrar a mistura por malha ABNT 500 mesh; 17) Secar a argila modificada à temperatura de 65 °C até que esteja completamente seca; 18) Moer a argila modificada em moinho de bolas por um período de tempo suficiente para que as partículas da argila passem por malha ABNT 250 mesh; 18) Para as metodologias que empregam derivados de alquil sulfatos (ou propril sulfatos) de sódio, nenhuma das etapas reacionais empregam aquecimento acima da temperatura ambiente.

2. “PROCESSO DE OBTENÇÃO DE NANOARGILA MODIFICADA PARA A PRODUÇÃO DE NANOCOMPÓSITOS POLIMÉRICOS E NANOARGILA MODIFICADA”, conforme reivindicado em 1, caracterizado pelo fato de que o solvente é a água.

3. “PROCESSO DE OBTENÇÃO DE NANOARGILA MODIFICADA PARA A PRODUÇÃO DE NANOCOMPÓSITOS POLIMÉRICOS E NANOARGILA MODIFICADA”, conforme reivindicado em 1 e 2, caracterizado pelo fato de que a quantidade do agente tensoativo empregada é de até 64 % baseada na massa da argila pura.

4. “PROCESSO DE OBTENÇÃO DE NANOARGILA MODIFICADA PARA A PRODUÇÃO DE NANOCOMPÓSITOS POLIMÉRICOS E NANOARGILA MODIFICADA”, conforme reivindicado em 1, 2 e 3, caracterizado pelo fato de utilizar argila natural, pertencente à família dos

filossilicatos, preferencialmente do grupo 2:1.

5. "PROCESSO DE OBTENÇÃO DE NANOARGILA MODIFICADA PARA A PRODUÇÃO DE NANOCOMPÓSITOS POLIMÉRICOS E NANOARGILA MODIFICADA", conforme reivindicado em 4, caracterizado

5 pelo fato da argila natural ser montmorilonítica.

6. "PROCESSO DE OBTENÇÃO DE NANOARGILA MODIFICADA PARA A PRODUÇÃO DE NANOCOMPÓSITOS POLIMÉRICOS E NANOARGILA MODIFICADA", conforme reivindicado em 1 e 2, caracterizado pelo fato de que o agente tensoativo empregado é o estearato de

10 sódio precipitado na forma de estearato de cálcio ou o lauril sulfato de sódio ou propil sulfato de sódio precipitado na forma de lauril sulfato de cálcio ou propil sulfato de cálcio ou qualquer outro agente precipitante.

7. "NANOARGILA MODIFICADA", caracterizada pelo fato de ser produzida pelo processo das reivindicações 1 a 6 e possuir as seguintes

15 características: elevado espaçamento basal, estabilidade térmica, e existência de grupos funcionais em sua superfície que facilitam a interação com matrizes poliméricas apolares.

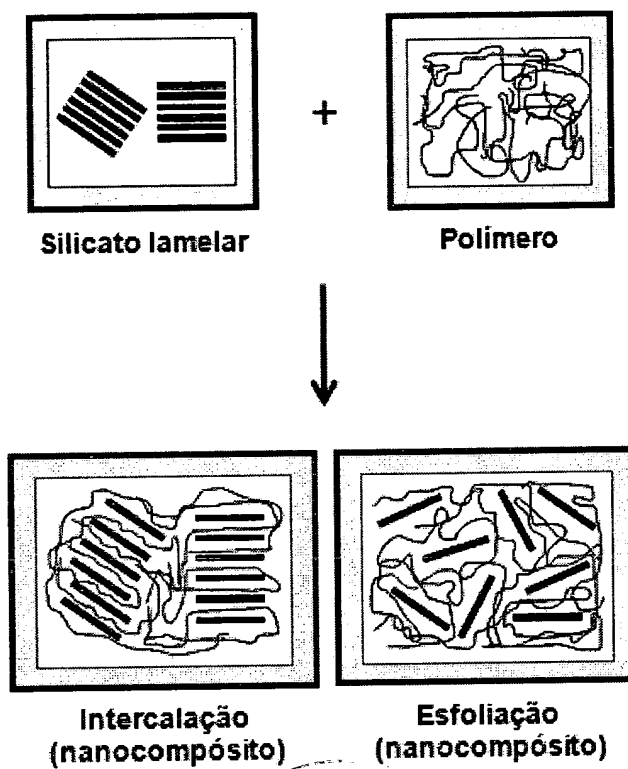


FIGURA 1

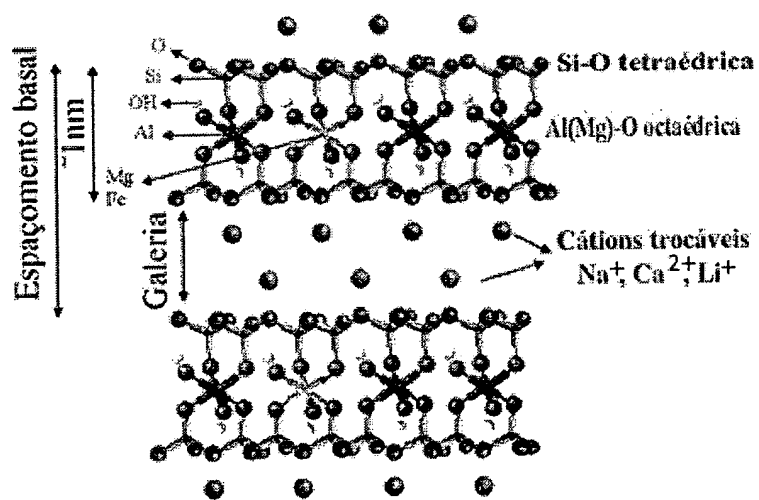


FIGURA 2

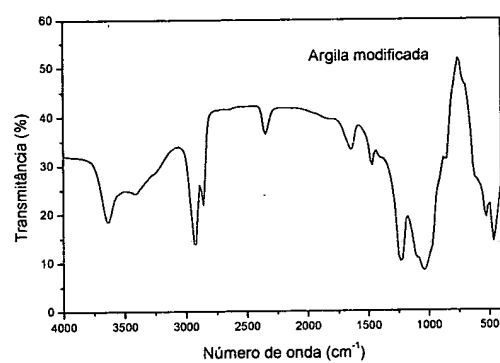
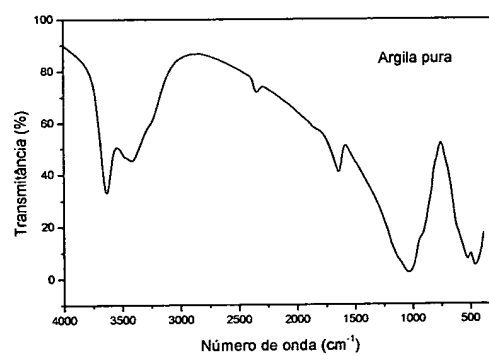


FIGURA 3

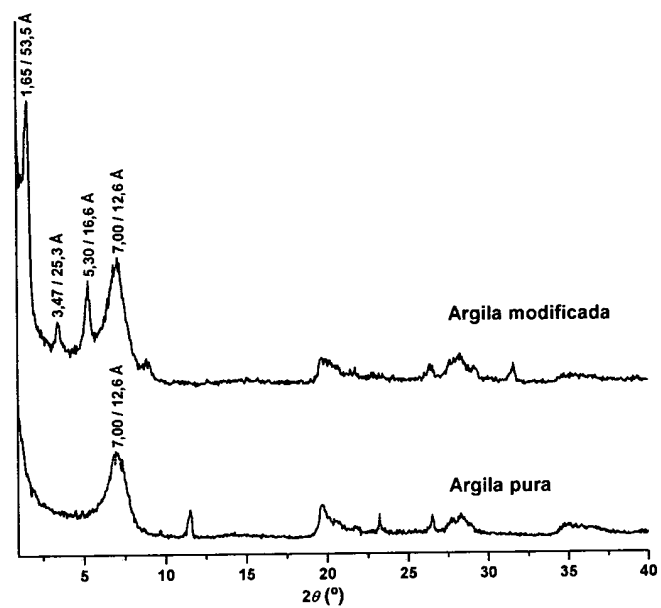


FIGURA 4

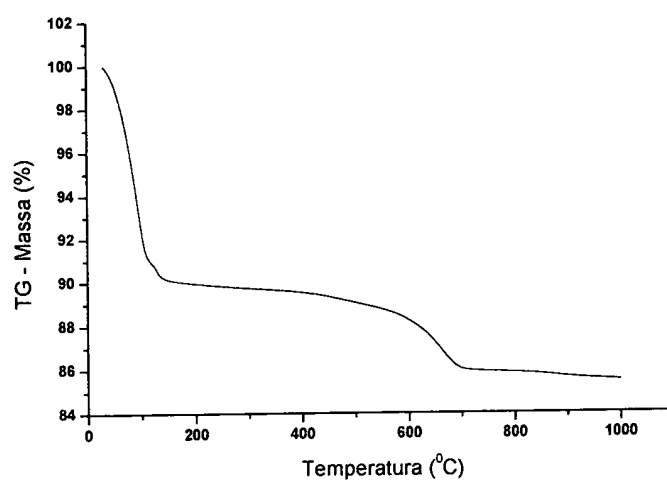


FIGURA 5

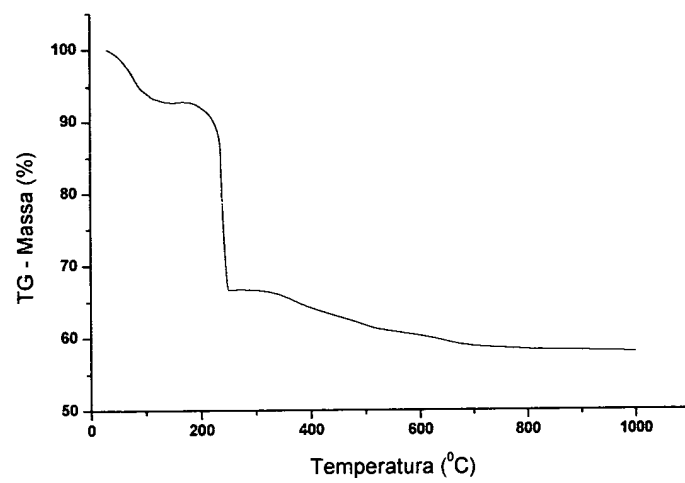


FIGURA 6

2000.3.12.1

RESUMO

"PROCESSO DE OBTENÇÃO DE NANOARGILA MODIFICADA PARA A PRODUÇÃO DE NANOCOMPÓSITOS POLIMÉRICOS E NANOARGILA MODIFICADA", que compreende um método no qual uma argila, da família dos filossilicatos, é submetida a um tratamento químico, em água, durante o qual ocorre um aumento do seu espaçamento basal em consequência da intercalação de um agente tensoativo, estearato de sódio precipitado na forma de estearato de cálcio ou lauril sulfato de sódio ou propil sulfato de sódio precipitado na forma de um sal entre as lamelas do mineral; o estearato de cálcio ou o lauril sulfato de cálcio ou o propil sulfato de cálcio ou qualquer agente tensoativo atua também como agente de intumescimento e ao mesmo tempo como modificador de superfície do mineral; a argila modificada apresenta um elevado espaçamento basal e estabilidade térmica na faixa de temperatura empregada no processamento dos polímeros de interesse neste trabalho (cerca de 220 °C), além de possuir grupos funcionais em sua superfície que permitem uma boa adesão com matrizes poliméricas.