



MELHORIA DE PROPRIEDADES DO POLIPROPILENO PELA MUDANÇA DE FASE UTILIZANDO AGENTE NUCLEANTE E CARGAS

Baldissera, R. F.^{1,2}, Henriques, M. E. P.¹, Maraschin, T. G.¹, Ligabue, R. A.^{1,2}, Pires, M. J. R.^{1,2}

1 - Escola Politécnica, 2 – Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia de Materiais (PGETEMA), Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul (PUCRS), Av. Ipiranga 6681, Porto Alegre, CEP 90619-900, RS.
mpires@pucrs.br

RESUMO

O polipropileno (PP) é um dos polímeros mais utilizados devido às suas boas propriedades térmicas e mecânicas, além de seu custo acessível. A adição de agentes nucleantes, como o pimelato de cálcio, juntamente com cargas como grafenos e zeólitas, melhora características do PP, como resistência térmica e elétrica, além de aumentar a deformação plástica. Esses agentes nucleantes são essenciais para a formação da fase β no polipropileno, o que facilita a fabricação de filmes de alto desempenho a baixo custo. Este estudo avaliou a capacidade de formação da fase β no polipropileno isotático com adição de pimelato de cálcio e cargas (zeólita 4 A e óxido de grafeno), visando otimizar o processo de cristalização. Diversos métodos foram testados com o pimelato de cálcio para melhorar a compatibilização da carga com o polipropileno. Os filmes obtidos, com controle preciso das temperaturas, mostraram formação de fase β , tanto com o uso de cargas quanto sem elas.

Palavras-chave: Fase β , separadores, zeólita, óxido de grafeno.

INTRODUÇÃO

O polipropileno é um dos polímeros mais utilizados no mundo devido às suas boas propriedades térmicas e mecânicas, além do seu custo relativamente baixo (MAIER & CALAFUT, 1998; WU et al., 2023). A melhoria dessas propriedades pode ser obtida pela adição de agentes nucleantes, que promovem a formação de fases específicas, e de cargas como grafeno e zeólitas, com o objetivo de melhorar características como resistência térmica e propriedades elétricas (ANASTACIO-LÓPEZ et al., 2019; JIANG et al., 2013; VARGA, 2002). Para a indução de mudança de fase, o pimelato de cálcio é amplamente utilizado, sendo um dos melhores agentes β -nucleantes (ABN), alcançando valores próximos a 100% de fase β (ANASTACIO-LÓPEZ et al., 2019; JIANG et al., 2013; LI & CHEUNG, 1999). Outros ABN incluem diversos pigmentos e compostos orgânicos, porém estes são de difícil acesso ou apresentam baixo desempenho (VARGA, 2002; WU et al., 2023).

Neste trabalho, foram escolhidas a zeólita 4A e óxido de grafeno como cargas. A escolha da zeólita 4A se deve à sua capacidade de troca iônica (TAHRAOUI et al., 2020), e à melhoria das propriedades mecânicas (LV et al., 2010) e térmicas (MURALI, BANIHASHEMI & LIN, 2023). O óxido de grafeno foi selecionado por sua contribuição para a melhoria das propriedades mecânicas (leveza, dureza, rigidez) e elétricas, além de oferecer um melhor custo-benefício em comparação a outros nanocompósitos (VILLARREAL-MARTÍNEZ et al., 2023). Desta forma, o objetivo desse estudo foi avaliar a capacidade de formação de fase β no polipropileno isotático (PPI) utilizando pimelato de cálcio e cargas, visando criar condições propícias de cristalização da fase de interesse.

MATERIAIS E MÉTODOS

Cargas utilizadas

A zeólita 4A foi sintetizada em escala piloto a partir do método descrito por HAMMERSCHMITT (2018), empregando resíduos (cinzas volantes de carvão fóssil). A escolha dessa zeólita se deve à sua estabilidade térmica, alta microporosidade e capacidade de troca iônica.

O óxido de grafeno (OG) utilizado foi sintetizado por MARASCHIN, (2021) que otimizou o processo utilizando menor quantidade de reagente. A suspensão de OG em etanol foi utilizada em uma concentração de $1,5 \text{ mg mL}^{-1}$. O OG foi escolhido por melhorar as propriedades mecânicas e elétricas do PPI.

Preparação da matéria prima

Para a preparação dos compósitos de PPI (Proxess H33, Braskem) com as cargas, o polímero foi micronizado em um moinho de facas (TecMill Te-633), previamente resfriado com nitrogênio líquido. Na sequência foi feita a secagem do material em estufa a $100 \text{ }^\circ\text{C}$ por 2 horas, para remover a umidade condensada durante o processo da moagem.

Neste trabalho, foram testados diversos métodos para síntese do agente nucleante pimelato de cálcio (Pim.Ca) com ou sem carga:

Método A: Baseado nos trabalhos de ANASTACIO-LÓPEZ et al. (2019) e BRODA et al. (2020), a mistura foi preparada em proporções molares de 1:1 e 2:1 de hidróxido de cálcio e ácido pimélico. A mistura física foi selada em uma forma de

alumínio e aquecida a 120 °C por 30 minutos. Após foi feita a lavagem com acetona para remover o excesso de reagentes. O material lavado foi seco em estufa a 60°C por 1 hora.

Método B: Seguindo os trabalhos de LI & CHEUNG (1997, 1999) foi preparada uma solução de ácido pimélico em água deionizada (2% m/v) e uma suspensão de hidróxido de cálcio em água deionizada (4% m/v). As soluções foram misturadas, e o PPI foi adicionado à suspensão, que foi seca a 100°C por 1 hora.

Método C: Também baseado nos trabalhos de LI & CHEUNG (1997, 1999), foi preparada uma solução etanólica de ácido pimélico (1% m/v) e uma suspensão de estearato de cálcio em etanol (2% m/v). O PPI foi adicionado à mistura, que foi seca em estufa a 100°C por 1 hora. Para a formação do agente nucleante contendo o Pim.Ca com zeólita 4A foram utilizados dois métodos: método ZA seguindo procedimento de JIANG et al. (2013) e o método ZB adaptado do método de LI & CHEUNG (1997, 1999) com a modificação da adição de zeólita, proposto neste trabalho.

Para a formação do agente nucleante contendo Pim.Ca com zeólita 4A, foram utilizados dois métodos:

No método ZA a zeólita 4A (33% m/v) foi adicionada a uma solução aquosa de acetato de cálcio (10% m/v) sob agitação magnética a temperatura ambiente por 30 min. A suspensão obtida foi calcinada a 200°C por 2 h, obtendo-se a zeólita calcinada contendo cálcio. A zeólita calcinada (8% m/v) foi suspensa em acetona contendo ácido pimélico (0,09% m/v), e a mistura foi seca em capela à temperatura ambiente (25±3°C) por 12 horas. A mistura final de zeólita com agente nucleante (6% ou 10% m/m) foi incorporada ao PPI micronizado mecanicamente.

O método ZB foi feito utilizando uma solução etanólica de ácido pimélico (0,45% m/v) e suspensão etanólica de estearato de cálcio (1,02% m/v). Em seguida foi colocado zeólita 4A (5 ou 9g) e PPI micronizado (9 ou 9,4 g) junto a suspensão sob agitação magnética por 30 minutos. A mistura foi seca em estufa a 100°C por 1 hora.

Para a formação do agente nucleante contendo Pim.Ca com óxido de grafeno (OG), foram utilizados dois métodos:

Método OGA: Seguindo os procedimentos de ANASTACIO-LÓPEZ et al. (2019) e BRODA et al. (2020), o Pim.Ca foi sintetizado sobre o OG em uma reação em fase sólida, utilizando ácido pimélico, OG e hidróxido de cálcio em proporção mássica de 1:1:1. Os reagentes foram misturados, selados em uma forma de alumínio e

aquecidos a 120°C por 30 minutos. O produto foi lavado com acetona para remover o excesso de reagentes e seco em estufa a 60°C por 1 hora.

Método OGB: Adaptado do método de LI & CHEUNG (1997, 1999) com a modificação da adição de óxido de grafeno, proposto neste trabalho, uma solução etanólica de ácido pimélico (0,45% m/v) foi misturada com suspensões etanólicas de estearato de cálcio (1,02% m/v) e de OG (1,5% m/v), junto com PPI micronizado (9,8 g). A mistura foi agitada magneticamente por 30 minutos e seca em estufa a 100°C por 1 hora.

Após a preparação de todas as amostras, foi realizada a mistura termomecânica em um misturador Haake RheoDrive 7 (Thermo Fischer), em uma temperatura de 200°C a 60 rpm por 10 min. As amostras de polipropileno contendo Pim.Ca (com ou sem carga) obtidas estão identificadas no Quadro 1.

Quadro 1. Amostras preparadas de polipropileno contendo pimelato de cálcio e cargas (zeólita e óxido de grafeno).

Código	Descrição	Pim.Ca (%)	Carga (%)
Sem carga			
PP1.0A1	Método A - razão 2:1 Ca(OH) ₂ e ácido pimélico	1	0
PP1.0A2	Método A - razão 1:1 Ca(OH) ₂ e ácido pimélico	1	0
PP1.0B	Método B - Sol. aquosa Ca(OH) ₂ e ácido pimélico.	1	0
PP1.0C	Método C - Sol. etanólica estearato de cálcio e ácido pimélico.	1	0
Zeólita 4A			
PPZ(1+5)ZA	Método ZA - amostra calcinada	1	5
PPZ(1+9)ZA	Método ZA - amostra calcinada	1	9
PPZ(1+5)ZB	Método ZB - suspensão etanólica	1	5
PPZ(1+9)ZB	Método ZB - suspensão etanólica	1	9
Óxido de Grafeno			
PPG(0,3+0,2)OGA	Método OGA, reação em fase sólida	0,03	0,02
PPG(1+1)OGB	Método OGB, solução etanólica de estearato de cálcio, ácido pimélico e óxido de grafeno	1	1
PPG(1+0,5)OGB	Método OGB, diluição da amostra PPG(1+1)OGB e PP1.0C	1	0,5
PPG(1+0,05)OGB	Método OGB, diluição da amostra PPG(1+1)OGB e PP1.0C	1	0,05

Preparação dos filmes poliméricos compósitos

Na preparação dos filmes poliméricos, foi utilizada uma prensa hidráulica com aquecimento (Marconi). Processo foi otimizado para controlar a temperatura (T) e pressão (P) durante a prensagem, além de ajustar a massa de PPI utilizada, o tempo de fusão, o tempo de prensagem e o tempo de resfriamento. Membranas Kapton® foram utilizadas entre as placas metálicas e a amostra para auxiliar na preparação dos filmes compósitos de PPI. Após a prensagem a 200°C, o filme foi rapidamente resfriado a 130°C em banho de glicerina, visando a formação da fase β (MENG & DOU, 2008).

O processo de preparação dos filmes segue essas etapas: Pesagem de 0,4 g da amostra; Uso de filme de Kapton como filme protetor; Aquecimento da prensa a 200°C por 5 minutos sem aplicação de pressão para fusão do PPI; Aplicação de pressões crescentes (11,3 MPa, 22,6 MPa e 33,9 MPa) por 60 segundos a 200°C; Resfriamento rápido do filme (130°C) mantendo essa temperatura por 30 minutos seguido de resfriamento a temperatura ambiente e lavagem com água.

Caracterização da matéria prima e dos filmes

A determinação das temperaturas de fusão, além da identificação de fases foram realizadas utilizando a técnica de calorimetria exploratória diferencial (DSC, TA Instruments Q2000). Para a formação de fase β foram necessárias condições especiais de cristalização (VARGA, 2002), foi necessário um método especial de análise, onde as condições de temperatura, taxa de aquecimento e tempo foram ajustados segundo o método sugerido por LI & CHEUNG (1997, 1999) e descrito a seguir.

Primeiro se aqueceu a amostras até 200°C (10°C min⁻¹), mantendo essa temperatura por 2 minutos para eliminar resquícios da fase α . Após foi resfriado até 135°C (5°C min⁻¹) seguido por outro resfriamento até 130°C (1°C min⁻¹). Onde se mantém por 30 minutos em 130°C, isso foi feito para garantir a cristalização máxima do PPI na fase β . Após foi feito o resfriamento até 100°C (3°C min⁻¹) e se mantém por 10 minutos. Por último foi feito o aquecimento até 200°C (10°C min⁻¹), sendo nessa parte onde foram coletados os dados de entalpia de fusão fase β e α .

Para o cálculo de cristalinidade total e porcentagem de fase β das amostras de PPI são reportados na literatura os valores da entalpia de fusão do PPI 100% cristalino

(H_f^0) para cada fase presente (fase α , $H_{f,\alpha}^0$ 178 J g⁻¹, fase β , $H_{f,\beta}^0$ 170 J g⁻¹), obtidos no trabalho de LI & CHEUNG (1999). Para o cálculo de cristalinidade da fase α e β foi feito o uso da fórmula (1).

$$X_i = \frac{H_{f,i}}{H_{f,i}^0} * \frac{100}{(1 - \frac{\% carga}{100})} \quad (1)$$

Onde X_i é o grau de cristalinidade (α ou β). $H_{f,i}$ é a entalpia de fusão dos picos referentes as fases α (166°C) ou β (154°C). Um fator de correção foi aplicado considerando a carga utilizada, conforme descrito por PIRES et al. (2020). Com os valores do grau de cristalinidade, foi possível calcular a cristalinidade total X_t e o conteúdo de fase β presente K_β , demonstrados nas fórmulas (2) e (3), respectivamente.

$$X_t = X_\alpha + X_\beta \quad (2)$$

$$K_\beta = \frac{X_\beta}{X_t} \quad (3)$$

Para análises mecânicas de resistência à tração na ruptura e modulo de Young foram feitos o teste de tração uniaxial em um equipamento DMA800 (TA Instruments) com filmes medindo 9,4 x 7,1 mm, espessura aproximadamente de 100 μ m a uma velocidade de 0,05 mm min⁻¹. Os testes foram realizados em duplicata. Resistência à tração foi obtida na ruptura dos corpos de prova.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Para avaliar a cristalinidade do PPI e a possível influência da micronização, realizou-se a análise de DSC em amostras do PPI puro (pellet e micronizado), e em amostras com Pim.Ca e cargas, antes da prensagem em filmes. A entalpia de fusão da fase α 100% cristalina (178 J g⁻¹) foi utilizada para calcular a cristalinidade (LI & CHEUNG, 1997). O PPI comercial, predominantemente da fase α , foi confirmado como semicristalino através das análises de DSC (MAIER & CALAFUT, 1998).

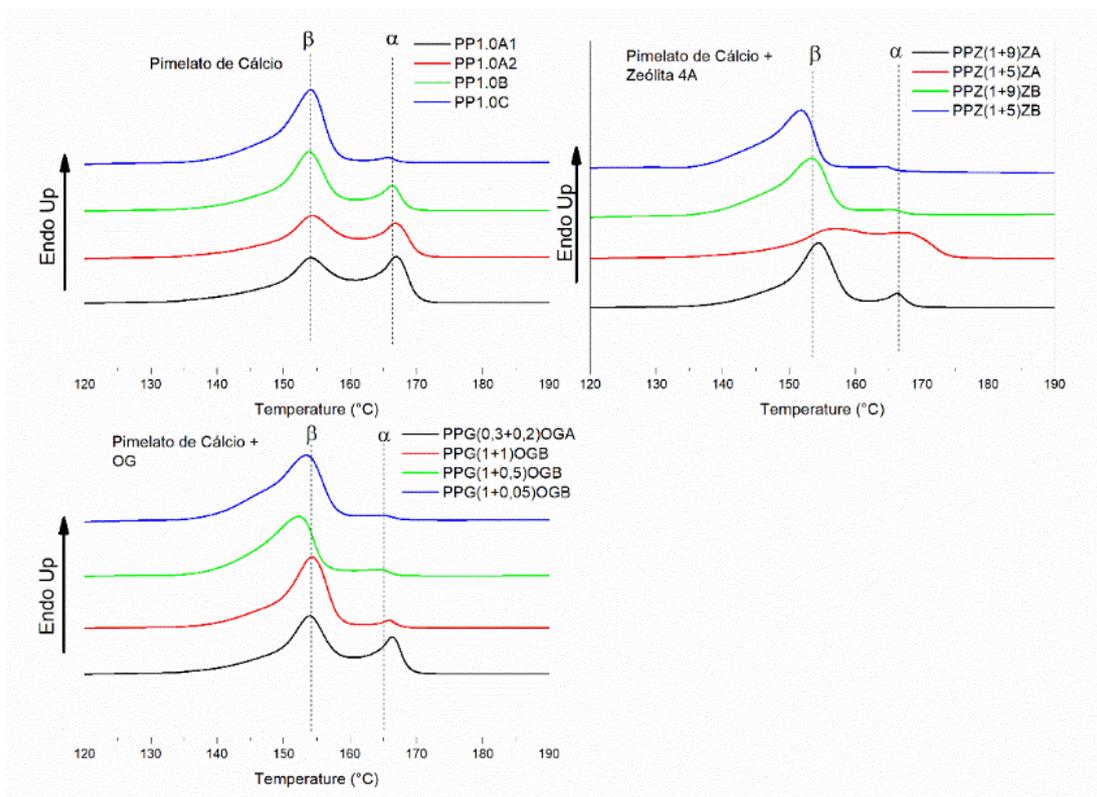
Observou-se que a micronização do PPI resultou em uma diminuição da cristalinidade (36,4%) em comparação ao PPI em pellet (43,9%). Estudos prévios indicam que a moagem criogênica pode reduzir a cristalinidade do PPI em

aproximadamente 10% (STRANZ & KÖSTER, 2004). Essa redução pode fragilizar o PPI dificultando seu processamento.

A cristalinidade e a capacidade de formação da fase β nas amostras de PPI com a adição do agente nucleante (Pim.Ca), com e sem cargas (ZA e OG), foram determinadas utilizando o método de análise descrito na metodologia. Foram analisadas amostras produzidas com Pim.Ca sem carga, Pim.Ca e Zeólita 4A e Pim.Ca e Óxido de Grafeno.

Na Figura 1 são mostrados os termogramas de DSC das amostras de PPI e Pim.Ca, com ou sem cargas. Para as amostras de PPI com somente a adição do Pim.Ca observa-se um pico correspondente a fusão da fase β em 154°C e um pico menor em 166 °C, referente a fusão da fase α .

Figura 1. Termogramas de DSC de amostras de PPI contendo agente β nucleante (pimelato de cálcio) e cargas (Zeólita e OG).



Entretanto, para as amostras de PPI contendo Zeólita 4A/Pim.Ca e OG/Pim.Ca, percebe-se um deslocamento dos picos em até 2°C na temperatura de fusão das fases β e α , possivelmente devido à presença das cargas no polímero (JIANG et al., 2013).

Na Tabela 2 são mostrados os resultados de cristalinidade total e percentual de fase β calculados, a partir da entalpia de fusão de cada fase segundo as fórmulas 2 e 3.

Tabela 1. Resultados de cristalinidade e quantidade de fase β presente nas amostras de PPI contendo agente β -nucleante (pimelato de cálcio) e cargas (Zeólita e OG).

Amostra	$H_{f\alpha}$ (J/g)	$H_{f\beta}$ (J/g)	Cristalinidade (%)	$k\beta$ (%)
Pim.Ca				
PP1.0A1	37,6	59,7	56,8	62,4
PP1.0A2	26,3	57,6	49,1	69,7
PP1.0B	15,5	64,3	47,0	81,3
PP1.0C	4,7	73,7	46,4	94,3
Pim.Ca + Z4A				
PPZ(1+5)ZA	50,7	26,9	47,1	35,8
PPZ(1+9)ZA	7,7	69,3	50,1	90,5
PPZ(1+5)ZB	3,0	72,0	46,9	96,1
PPZ(1+9)ZB	3,9	72,2	49,6	95,1
Pim.Ca + OG				
PPG(0.3+0.2)OGA	24,5	67,8	53,9	74,4
PPG(1+1)OGB	4,1	73,9	46,8	94,9
PPG(1+0.5)OGB	4,5	75,7	47,8	94,6
PPG(1+0.05)OGB	3,2	83,2	51,3	96,5

Observa-se que a cristalinidade do PPI com o agente β -nucleante é superior (46,4 a 56,8%) à do PPI micronizado (36,4%) indicando uma recuperação da cristalinidade do PPI perdida durante o processo de micronização. Outro ponto relevante é que o maior percentual de fase β (94,3%) foi obtido na amostra PP1.0C, embora com a menor cristalinidade (46,4%), sem grandes diferenças entre as amostras.

Para as amostras de PPI com Pim.Ca e Zeólita 4A, ocorreu formação de fase β . O método ZB, proposto nesse trabalho, mostrou os melhores resultados (96,1% e 95,1%) utilizando 5 e 9% de zeólita, respectivamente. A amostra do método ZA apresentou valores discrepantes, com a menor formação de fase β (35,8%), entre todas as amostras avaliadas na amostra com menor concentração de zeólita (5%). Entretanto, a amostra PPZ(1+9)ZA apresentou uma concentração significativa de fase

β (90,5%), sugerindo que o método ZA é viável. A amostra PPZ(1+5)ZA mostrou devido a de uma anomalia na preparação da amostra, que será refeita.

Houve formação significativa de fase β na presença de óxido de grafeno com o maior valor (96,1%) entre todas as amostras testadas para a amostra com a menor quantidade de OG (0,05%). O método OGB, proposto nesse trabalho, mostrou-se o mais adequado para a preparação do compósito, demonstrando alta capacidade de formação de fase β , independentemente da quantidade de OG utilizada. Cabe destacar que a diminuição da concentração de OG (1 a 0,05%) aumenta a cristalinidade (46,8 a 51,3%) tornando mais interessante o uso do OG em baixas quantidades. Por outro lado, a amostra obtida pelo método OGA (reação em fase sólida) apresentou concentração mais baixa de fase β (74,4%). Possivelmente em função da baixa dispersão ou anomalia na preparação da amostra.

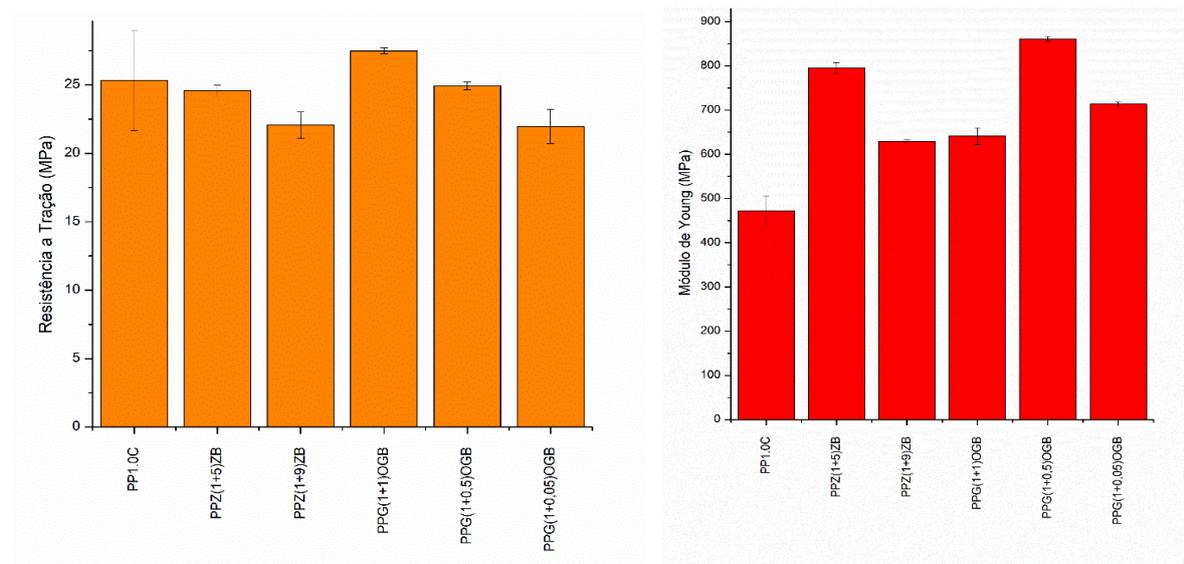
A fabricação dos filmes foi realizada apenas para as amostras obtidas pelos métodos C (uso exclusivo de Pim.CA), ZA e ZB (uso de zeólita) e OGA e OGB (uso de óxido de grafeno). O método C, juntamente com os métodos derivados e propostos ZB e OGB, resultaram nos melhores filmes, com boa dispersão da carga e sem aglomerados visíveis. Testes mecânicos foram realizados nos melhores filmes.

A influência do agente nucleante e das cargas estudadas nas propriedades mecânicas do PPI foram avaliadas pela determinação da resistência a tração na ruptura e módulo de Young. Ocorreu a ruptura de todas as amostras testadas. Na Figura 2 observa-se que os valores a resistência à tração são similares entre as amostras com valores variando de 27,5 MPa a 21,9 MPa, para a amostra contendo maior (1,0%) e menor (0,05%) quantidades de OG, respectivamente. No entanto, os resultados apresentam uma variação significativa entre as replicatas, o que dificulta a comprovação de uma tendência.

Em relação ao módulo de Young verifica-se um aumento desse parâmetro com a introdução de ambas as cargas, comparando com o PPI somente com agente nucleante (472 MPa). Destacam-se as amostras obtidas com os métodos propostos ZB e OGB. Para as amostras com 5% de zeólita 4A e 0,5 de OG, os módulos de Young foram 795 MPa e 861 MPa, respectivamente. Concentrações de OG maiores (1,0) ou menores (0,05%) resultaram em uma redução no módulo de Young. Por outro lado, verificou-se uma redução clara no módulo de Young (795 a 628 MPa) com o aumento da concentração da zeólita 4A.

Os testes mecânicos foram realizados em filmes, considerando interesse da utilização dos mesmos na produção de separadores poliméricos para baterias. Não foram encontrados estudos similares para comparação na bibliografia, em função do uso de corpos de prova padronizados para análise mecânica (FANG et al., 2022).

Figura 2. Resistência à tração na ruptura e Módulo de Young para as amostras de PPI contendo agente β -nucleante (pimelato de cálcio) e cargas (Zeólita e OG).



CONCLUSÃO

Em todos os métodos avaliados, verificou-se a formação de fase β nas amostras de PPI. Para amostras contendo somente o agente nucleante (pimelato de cálcio – Pim.Ca) o método C (solução etanólica de estearato de cálcio) gerou a maior formação de fase β (94,3%).

A adição da Zeólita 4A (ZA) e do óxido de grafeno (OG) às amostras de PPI/Pim.Ca, pelos métodos propostos nesse trabalho (OGB e ZB), mostrou-se mais eficaz na formação da fase β (>96 %) em comparação com os métodos da literatura (ZA 90,5%, OG 74,4%). Além disso, os métodos propostos demonstraram uma melhor compatibilização das cargas com a matriz polimérica, gerando filmes mais homogêneos.

A caracterização mecânica das amostras indicou pouca variação da resistência a tração na ruptura, com tendências opostas entre as cargas. A resistência à tração na ruptura aumentou com o incremento de OG e diminuiu com o aumento da concentração de zeólita. O Módulo de Young também apresentou redução com o aumento da concentração de zeólita, enquanto uma maior resistência foi observada

no nível intermediário de OG (0,5%), sugerindo a existência de mecanismos mais complexos de interação entre o OG e a matriz polimérica.

Esses resultados são promissores para o desenvolvimento de novos compósitos poliméricos com propriedades ajustáveis, indicando que o uso de cargas como OG e Zeólita 4A pode não apenas modular a cristalinidade e a formação de fase β , mas também influenciar as propriedades mecânicas finais do material, tornando-o adequado para aplicações específicas, como em separadores poliméricos em baterias.

AGRADECIMENTOS

Agradecimentos ao CNPq pelas bolsas concedidas, Finep pelo apoio financeiro.

REFERENCIAS

ANASTACIO-LÓPEZ, Z. S. et al. Modification of graphene oxide to induce beta crystals in isotactic polypropylene. **Journal of Materials Science**, v. 54, n. 1, p. 427–443, 1 jan. 2019.

BRODA, J. et al. Nucleating agents based on graphene and graphene oxide for crystallization of the β -form of isotactic polypropylene. **Journal of Materials Science**, v. 55, n. 4, p. 1436–1450, 1 fev. 2020.

FANG, W. et al. Microporous Formation Mechanism of Biaxial Stretching PA6/PP Membranes with High Porosity and Uniform Pore Size Distribution. **Polymers**, v. 14, n. 11, 1 jun. 2022.

HAMMERSCHMITT, M.E. ESCALONAMENTO DA SÍNTESE DE ZEÓLITAS A PARTIR DE RESÍDUOS DE CARVÃO E DA PRODUÇÃO DE ALUMÍNIO DA PRODUÇÃO DE ALUMÍNIO. **PUCRS**, 2018

JIANG, J. et al. Preparation and β -crystallization of zeolite filled isotactic polypropylene composites. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, v. 45, p. 88–94, 1 fev. 2013.

Li, J. X., & Cheung, W. L. Pimelic acid-based nucleating agents for hexagonal crystalline polypropylene. **Journal of Vinyl and Additive Technology**, 3(2), 151–156, 1997

Li, J. X., & Cheung, W. L. Conversion of growth and recrystallisation of β -phase in doped iPP. **Polymer**, 40(8), 2085–2088, 1999

LV, Z. et al. The influence of modified zeolites as nucleating agents on crystallization behavior and mechanical properties of polypropylene. **Materials and Design**, v. 31, n. 8, p. 3804–3809, set. 2010.

MAIER, CLIVE.; CALAFUT, TERESA. Polypropylene : the definitive user's guide and databook. [s.l.] **Plastics Design Library**, 1998.

MARASCHIN, T. G. NANOCOMPÓSITOS DE MATRIZ POLIMÉRICA E CARGAS HÍBRIDAS BASEADAS EM GRAFENO DECORADO COM NANOPARTÍCULAS METÁLICAS. Porto Alegre: **PUCRS**, 2021.

MENG, M. R.; DOU, Q. Effect of pimelic acid on the crystallization, morphology and mechanical properties of polypropylene/wollastonite composites. **Materials Science and Engineering: A**, v. 492, n. 1–2, p. 177–184, 25 set. 2008.

MURALI, D. R. L.; BANIHASHEMI, F.; LIN, J. Y. S. Zeolite membrane separators for fire-safe Li-ion batteries – Effects of crystal shape and membrane pore structure. **Journal of Membrane Science**, v. 680, p. 121743, ago. 2023.

PIRES, M. et al. Thermal degradation of poly(lactic acid)–zeolite composites produced by melt-blending. **Polymer Bulletin**, v. 77, n. 4, p. 2111–2137, 1 abr. 2020.

STRANZ, M.; KÖSTER, U. Irreversible structural changes in cryogenic mechanically milled isotactic polypropylene. **Colloid and Polymer Science**, v. 282, n. 4, p. 381–386, fev. 2004.

TAHRAOUI, Z. et al. Influence of the Compensating Cation Nature on the Water Adsorption Properties of Zeolites. **Molecules**, v. 25, n. 4, p. 944, 20 fev. 2020.

VARGA, J. β -modification of isotactic polypropylene: Preparation, structure, processing, properties, and application. **Journal of Macromolecular Science - Physics**. ...jul. 2002.

VILLARREAL-MARTÍNEZ, D. et al. Induction of the β -phase in isotactic polypropylene with pimelic acid modified graphene nanoplatelets. **FlatChem**, v. 38, 1 mar. 2023.

WU, B. et al. β -Nucleated Polypropylene: Preparation, Nucleating Efficiency, Composite, and Future Prospects. **Polymers** Multidisciplinary Digital Publishing Institute (MDPI), 1 jul. 2023.

IMPROVING THE PROPERTIES OF POLYPROPYLENE THROUGH PHASE CHANGE USING NUCLEATING AGENTS AND FILLERS

ABSTRACT

Polypropylene (PP) is one of the most widely used polymers due to its good thermal and mechanical properties, as well as its affordable cost. The addition of nucleating agents, such as calcium pimelate, together with fillers such as graphenes and zeolites, improves the characteristics of PP, such as thermal and electrical resistance, as well as increasing plastic deformation. These nucleating agents are essential for the formation of the β phase in polypropylene, which facilitates the manufacture of high-performance films at low cost. This study evaluated the β -phase formation capacity in isotactic polypropylene with the addition of calcium pimelate and fillers (zeolite 4A and graphene oxide), with the aim of optimizing the crystallization process. Various methods were tested with calcium pimelate to improve the compatibility of the filler with polypropylene. The films obtained, with precise temperature control, showed β phase formation, both with and without fillers.