



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

(21) **PI0710768-4 A2**

(22) Data de Depósito: 25/04/2007
(43) Data da Publicação: 07/06/2011
(RPI 2109)



(51) *Int.Cl.:*
B32B 15/14 2006.01
F41H 5/04 2006.01

(54) Título: **ARTIGO COMPÓSITO, UM PROCESSO PARA SUA FABRICAÇÃO E USO**

(30) Prioridade Unionista: 26/04/2006 EP 06008600.6,
29/06/2006 EP 06013452.5

(73) Titular(es): DSM IP Assets B.V.

(72) Inventor(es): Alexander Volker Peters, David Vanek, Jean Hubert Marie Beugels, Johann Van Elburg, Steen Tanderup

(74) Procurador(es): Orlando de Souza / OAB: 0474

(86) Pedido Internacional: PCT EP2007003633 de 25/04/2007

(87) Publicação Internacional: WO 2007/122000 de 01/11/2007

(57) Resumo: ARTIGO COMPÓSITO, UM PROCESSO PARA SUA FABRICAÇÃO E USO A invenção se refere a um artigo compósito compreendendo uma folha de metal de pelo menos 0,25 mm de espessura e pelo menos duas folhas unidirecionais, com o metal na folha de metal possuindo um ponto de fusão de pelo menos 350°C, pelo que as folhas unidirecionais compreendem pelo menos duas monocamadas de fibras de desempenho alto orientadas unidirecionais, com a direção das fibras em uma monocamada estando em um ângulo a em relação à direção das fibras em uma monocamada adjacente. A invenção se refere, adicionalmente, a um processo para fabricação de um artigo compósito e ao uso do artigo compósito nas edificações e construções, veículos e aplicações de balística, especialmente sob condições de calor e fogo.

ARTIGO COMPÓSITO, UM PROCESSO PARA SUA FABRICAÇÃO E USO

A presente invenção se refere a um artigo compósito, a um processo para sua fabricação e uso do artigo compósito.

O artigo compósito de acordo com a invenção compreende
5 uma folha de metal e pelo menos duas folhas unidirecionais.

Artigos compostos de acordo com a invenção são muito apropriados ao uso nas edificações, construções, veículos e aplicações de balística, especialmente sob condições de calor e fogo. Em uma concretização especial, os artigos
10 compostos de acordo com a invenção são retardadores de chamas.

Um artigo compósito compreendendo uma folha de metal e pelo menos duas folhas unidirecionais é conhecido do WO 2004/033196 A2. Essa publicação revela um artigo compósito
15 compreendendo pelo menos 3 dobras, pelo que a primeira dobra é uma folha metálica, preferivelmente uma folha de alumínio, de um espessura entre 12,7 e 127 micrômetros, uma segunda dobra sendo um material de ligação e uma terceira dobra compreendendo várias camadas de uma rede fibras
20 poliméricas em uma matriz. O material de ligação revelado é tanto intrinsecamente resistente ao fogo ou é fabricado por mistura com um aditivo, tal como, por exemplo, aditivos com base em fósforo e/ou nitrogênio e/ou halogênios como bromo e cloro e/ou aditivos inorgânicos, como por exemplo, óxido
25 de antimônio e sulfeto de antimônio. O Exemplo 1 do WO 2004/033196 A2 revela um artigo compósito consistindo em uma construção simétrica de 7 dobras com uma folha de alumínio de 76 micrômetro como a dobra #1 e a dobra # 7; uma composição resinosa de uma resina epóxi intumescente e
30 bolhas de vidro como a dobra #2 e a dobra # 6; um adesivo

em película sensível à pressão compreendido de uma combinação de óxido de antimônio (Sb_2O_3), éter decabromo difenílico e cera parafina policlorada em uma resina de éster acrilato como dobra #3 e dobra # 5; e finalmente uma
5 dobra central #4 consistindo em 50 camadas de fibras de polietileno de alta resistência alinhadas unidirecionalmente em um ligante éster vinílico epóxi, pelo que as fibras de polietileno nas camadas adjacentes são orientadas a 90°C uma com a outra.

10 Uma desvantagem do artigo compósito de acordo com o WO 2004/033196 A2 é que é feito uso de aditivos retardadores de chama que compreendem halogênios ou metais pesados. Durante o aquecimento e especialmente durante a queima, esses aditivos retardadores de chama geram gases altamente
15 tóxicos e/ou corrosivos. Tais gases são muito prejudiciais aos seres humanos. Adicionalmente, tais gases corrosivos são prejudiciais, por exemplo, aos equipamentos de alta tecnologia em veículos, como por exemplo, aeronaves e barcos.

20 O objetivo da invenção é prover um artigo compósito que compreenda uma quantidade reduzida de aditivos retardadores de chama halogenados ou que não faça uso de aditivos retardadores de chama halogenados.

Esse objetivo é obtido com o artigo compósito de
25 acordo com a invenção, pelo que o artigo compósito compreende uma folha de metal e pelo menos duas folhas unidirecionais, pelo que a espessura da folha de metal é de pelo menos 0,25 mm, com o metal na folha de metal possuindo um ponto de fusão de pelo menos 350°C, pelo que as folhas
30 unidirecionais compreendem pelo menos 2 monocamadas de

fibras de alto desempenho orientadas unidirecionalmente e
opcionalmente um ligante, com a direção das fibras em uma
folha de monocamada sendo em um ângulo em relação à direção
das fibras em uma folha de monocamada adjacente. A folha de
5 metal e as folhas unidirecionais são preferível e
suficientemente interconectadas umas as outras,
significando que a folha de metal e as folhas
unidirecionais não se deslaminam sob condições de uso
normais, tais como, por exemplo, em temperatura ambiente.
10 As condições de uso normal não incluem teste de desempenho
de retardador de fogo e teste sob temperatura aumentada,
denominados teste acelerado.

Uma vantagem adicional da presente invenção é que ela
provê um artigo compósito com construção muito mais simples
15 com algumas camadas em relação à construção revelada no WO
2004/033196 A2.

Preferivelmente, o artigo compósito de acordo com a
invenção é um retardador de chama como pode ser julgado
pelo fato de que esses artigos passam pelo teste de
20 retardador de chama em temperatura inflamável de acordo com
o ISO 4589-3. Nesse pedido, quando passa no teste de
retardador de chama de acordo com ISO 4589-3 isso significa
que o artigo compósito alcança uma temperatura inflamável
de pelo menos 200°C naquele teste. Alternativamente ou além
25 disso, o artigo compósito de acordo com a invenção passa
pelo Procedimento de Teste de Fogo da International
Maritime Organisation (IMO) código 1998, Parte 2 teste de
fumaça e toxicidade, incluindo revisão MSC/Circ. 1008 e na
Resolução IMO FTP A.653(16) avaliada de acordo com a Parte
30 5 do Anexo 1 do Código IMO FTP para revestimentos de

telhados, paredes e tetos.

O artigo compósito de acordo com a invenção compreende uma camada de metal. É essencial que o metal na folha de metal tenha um ponto de fusão de pelo menos 350°C, mais
5 preferivelmente pelo menos 500°C, mais preferivelmente pelo menos 600°C. Metais apropriados incluem alumínio, magnésio, titânio, cobre, níquel, cromo, berilo, ferro e cobre incluindo ligas, tais como, por exemplo, aço e aço inoxidável e ligas de alumínio com magnésio (denominadas
10 alumínio série 5.000) e ligas de alumínio com zinco e magnésio ou com zinco, magnésio e cobre (denominadas alumínio série 7.000). Naquelas ligas, a quantidade por exemplo de alumínio, magnésio, titânio e ferro é preferivelmente de pelo menos 500% em peso. Folhas de metal
15 preferidas compreendem alumínio, magnésio, titânio, níquel, cromo, berilo, ferro incluindo suas ligas. Mais preferivelmente, a folha de metal tem como base alumínio, magnésio, titânio, níquel, cromo, ferro e suas ligas. Isso resulta em um artigo compósito leve com uma boa
20 durabilidade. Mesmo mais preferivelmente, o ferro e suas ligas na folha de metal possuem uma dureza Brinell de pelo menos 500. Mais preferivelmente a folha de metal se baseia em alumínio, magnésio, titânio, e suas ligas. Isso resulta no artigo compósito mais leve com uma durabilidade maior. A
25 durabilidade nesse pedido significa o tempo de vida de um compósito sob condições de exposição ao calor, umidade, luz e radiação UV.

Para o artigo compósito de acordo com a invenção é essencial que a espessura da folha de metal seja de pelo
30 menos 0,25 mm. Mais preferivelmente, a espessura da folha

de metal é pelo menos 0,5 mm. Isso resulta em um bom desempenho retardador de chama. Mais preferivelmente, a espessura da folha de metal é de pelo menos 0,75 mm. Isso resulta em um desempenho retardador de chama mesmo melhor.

- 5 Independente da espessura da folha de metal, não existe limitação para uma espessura máxima. De modo geral, a espessura máxima de 50 mm será escolhida, espessuras maiores apenas possuindo aperfeiçoamento adicional limitado no desempenho retardador de chama. Preferivelmente a
- 10 espessura máxima da camada de metal é de 40 mm, mais preferivelmente a espessura máxima da camada de metal é de 30 mm. Isso resulta no melhor equilíbrio entre peso e desempenho retardador de fogo. No caso em que, além do desempenho retardador de chama, também um desempenho
- 15 balístico aperfeiçoado for necessário, uma folha de metal mais grossa será benéfica para o desempenho balístico do artigo compósito de acordo com a invenção. Em tal caso, a espessura mínima é preferivelmente de 5 mm. A espessura máxima da folha de metal em tal caso pode ser determinada
- 20 pelo nível necessário de desempenho balístico e pode ser verificada por experimentação de rotina, porém sendo geralmente inferior a 50 mm.

A folha de metal pode opcionalmente ser pré-tratada a fim de aperfeiçoar a adesão com uma folha unidirecional. O

25 pré-tratamento apropriado da folha de metal inclui tratamento mecânico, por exemplo, para tornar áspera ou limpar a superfície de metal com jato de areia ou moagem, gravação química por exemplo, com ácido nítrico e laminação com película de polietileno. Em outra concretização, uma

30 camada de ligação, por exemplo, de cola, entre a folha de

metal e a folha unidirecional pode ser aplicada. AL cola pode compreender uma resina epóxi, uma resina de poliéster, uma resina de poliuretano ou uma resina de éster vinílico. No caso da fibra de desempenho superior na monocamada de 5 fibras orientadas unidirecionais ser uma fibra orgânica, a camada de ligação pode compreender adicionalmente uma camada de uma fibra inorgânica em um modo tecido ou não tecido. Preferivelmente, a fibra inorgânica na camada de ligação é tramada. O peso da camada de fibra inorgânica no 10 modo tecido ou não tecido pode variar de 50 a 750 g/m², preferivelmente de 100 a 500 g/m². Preferivelmente, tal fibra inorgânica é uma fibra de vidro ou uma fibra de carbono. Mais preferivelmente, tal fibra inorgânica é uma fibra de vidro incluindo vidro-E e vidro de alta 15 resistência (algumas vezes também referido como vidro "S"). Tal camada aperfeiçoa a transferência de energia do metal para a monocamada de fibras orgânicas orientadas unidirecionais.

Em uma concretização especial, a folha de metal pode 20 ser anexada a pelo menos duas folhas unidirecionais por dispositivos mecânicos, tais como, parafusos, cavilhas e presilhas.

No artigo compósito de acordo com a invenção a folha de metal faceia a folha unidirecional. Caso necessário, por 25 exemplo, por questões de rigidez, pelo menos 2 folhas unidirecionais podem ser intercaladas entre 2 folhas de metal. O tipo de cada uma dessas duas folhas de metal e suas espessuras podem ser escolhidos independentemente das faixas fornecidas acima.

30 O artigo compósito de acordo com a invenção compreende

folhas unidirecionais. Essas folhas unidirecionais que também podem ser referidas como camadas unidirecionais compreendem monocamadas de fibras de alto desempenho orientadas unidirecionais e um ligante. O termo monocamada
5 de fibras de alto desempenho unidirecionais se refere a uma camada de fibras de alto desempenho orientadas unidirecionalmente, isto é, fibras de alto desempenho em um plano que são essencialmente orientadas em paralelo.

O artigo compósito de acordo com a invenção compreende
10 pelo menos duas folhas unidirecionais, preferivelmente pelo menos 40 folhas unidirecionais, mais preferivelmente pelo menos 80 folhas unidirecionais, mesmo mais preferivelmente pelo menos 120 folhas unidirecionais e mais preferivelmente pelo menos 160 folhas unidirecionais. A direção das fibras
15 em uma folha unidirecional está em um ângulo α em relação à direção das fibras em uma folha unidirecional adjacente. O ângulo α está preferivelmente entre 5 e 90°, mais preferivelmente entre 45 e 90° e mais preferivelmente entre 75 e 90°.

20 O termo fibra de alto desempenho compreende não apenas um monofilamento, porém, entre outros, também um fio de múltiplos filamentos ou uma fita plana. A largura da fita plana preferivelmente está entre 2 mm e 100 mm, mais preferivelmente entre 5 mm e 60 mm, mais preferivelmente
25 entre 10 mm e 40 mm. A espessura da fita plana preferivelmente está entre 10 μm e 200 μm , mais preferivelmente entre 25 μm e 100 μm .

Preferivelmente o termo fibra de alto desempenho compreende um monofilamento e um fio de múltiplos
30 filamentos. Preferivelmente, a finura por filamento da

fibra de alto desempenho é inferior a 5 denier por filamento (dpf), mais preferivelmente inferior a 3 dpf, mesmo mais preferivelmente inferior a 2 dpf e mais preferivelmente inferior a 1,5 dpf. Isso resulta em artigos 5 compósitos que podem ser muito apropriados em aplicações de balística, enquanto adicionalmente mostrando resistência contra o fogo.

As fibras de alto desempenho no artigo compósito de acordo com a invenção possuem uma resistência à tensão de 10 pelo menos cerca de 1,2 GPa e um módulo de tensão de pelo menos 40 GPa. Essas fibras possuem, preferivelmente, uma resistência à tensão de elo menos 2 GPa, mais preferivelmente pelo menos 2,5 GPa ou mais preferivelmente pelo menos 3 GPa. A vantagem dessas fibras é que elas 15 possuem resistência à tensão muito alta, de modo que elas são especificamente bem apropriadas para uso por exemplo, em artigos de peso leve e fortes. As fibras de alto desempenho podem ser fibras inorgânicas ou orgânicas.

Fibras inorgânicas apropriadas são, por exemplo, 20 fibras de vidro, fibras de carbono e fibras de cerâmica.

Fibras orgânicas apropriadas com tal resistência à tensão alta são, por exemplo, fibras de poliamida aromáticas (geralmente referidas como fibras de aramida), especialmente poli(p-fenileno tereftalamida), polímero 25 cristalino líquido e fibras poliméricas semelhantes a escada, tais como polibenzimidazóis ou polibenzoxazóis, esp. poli (1,4-fenileno-2,6- benzobisoxazol) (PBO) ou poli(2,6-diimidazo[4,5-b-4',5'-e]piridinileno-1,4-(2,5-diidróxi)fenileno) (PIPD; também referido como M5) e 30 fibras, por exemplo, de poliolefinas, como por exemplo,

polietileno ou polipropileno, álcool polivinílico e poliacrilonitrila que são altamente orientadas, por exemplo, por um processo de fiação com gel.

Mais preferivelmente, fibras de poliamida aromáticas, especialmente poli(p-fenileno tereftalamida), polímero cristalino líquido e fibras poliméricas semelhantes a escada, tais como, polibenzimidazóis ou polibenzoxazóis, especialmente poli(1,4-fenileno-2,6-benzobisoxazol) ou poli(2,6-diimidazo[4,5-b-4',5'-e]piridinileno-1,4-(2,5-diidróxi)fenileno) e polietileno de peso molecular ultra alto são usados como fibra de alto desempenho. Essas fibras fornecem um bom equilíbrio entre resistência e desempenho de retardo de fogo. Mesmo mais preferivelmente, polietileno fiado com gel é usado como fibra de alto desempenho. Em tal caso, preferivelmente, é empregado polietileno linear. Polietileno linear é entendido aqui como significando polietileno com menos de 1 cadeia lateral por 100 átomos de carbono e preferivelmente com menos de 1 cadeia lateral por 300 átomos de carbono; uma cadeia lateral ou ramificação geralmente contendo pelo menos 10 átomos de carbono. As cadeias laterais podem ser medidas apropriadamente por FTIR em uma película moldada por compressão de 2 mm de espessura, conforme mencionado por exemplo na EP 0269151. O polietileno linear pode conter adicionalmente até 5 mols por cento de um ou mais outros alcenos que são copolimerizáveis com o mesmo, tais como, propeno, buteno, penteno, 4-metipenteno, octeno. Preferivelmente, o polietileno linear possui peso molar alto com uma viscosidade intrínseca (IV, conforme determinada nas soluções em decalina a 135°C) de pelo 4 dl/g; mais

preferivelmente de pelo menos 8 dl/g, mais preferivelmente de pelo menos 10 dl/g. Tal polietileno é também referido como polietileno de peso molecular ultra alto. A viscosidade intrínseca é uma medida para peso molecular que
5 pode mais facilmente ser determinada que os parâmetros de peso molar reais como M_n e M_w . Existem várias relações empíricas entre IV e M_w , porém tal relação depende muito da distribuição de peso molecular. Com base na equação $M_w = 5,37 \times 10^4 [\text{IV}]^{1,37}$ (vide EP 0504954 A1) e IV de 4 ou 8 dl/g
10 seria equivalente a M_w de cerca de 360 ou 930 kg/mol, respectivamente. Essa fibra de polietileno fornece a menor quantidade de gases tóxicos e corrosivos quando da exposição o calor ou fogo.

O peso da fibra de alto desempenho na folha
15 unidirecional preferivelmente varia de 5 a 250 g/m², mais preferivelmente varia de 10 a 200 g/m², mais preferivelmente varia de 20 a 150 g/m².

O termo ligante se refere a um material que se liga ou ajeita as fibras de alto desempenho juntas na folha
20 unidirecional, o ligante podendo encobrir as fibras de alto desempenho em sua totalidade ou em parte, tal que a estrutura da monocamada seja mantida durante manuseio e fabricação das folhas unidirecionais. O ligante pode ser aplicado de várias formas e modos; por exemplo, como uma
25 película (por fusão da mesma pelo menos parcialmente cobrindo as fibras antibalística) como uma tira de ligação transversal ou como fibras transversais (transversais com relação às fibras unidirecionais) ou por impregnação e/ou embebimento das fibras com um material de matriz, por
30 exemplo com uma fusão polimérica, uma solução ou uma

dispersão de um material polimérico em um líquido. Preferivelmente, o material de matriz é distribuído homogeneamente por toda a superfície da monocamada, considerando-se que uma tira de ligação ou fibras de
5 ligação podem ser aplicadas localmente. Ligantes apropriados são descritos por exemplo na EP 0191306 B1, EP 1170925 A1, EP 0683374 B1 e EP 1 144740 A1. Será apreciado que, nas concretizações nas quais a fibra de alto desempenho é uma fita plana, a aplicação de um ligante pode
10 não ser necessária. Mais especificamente, um ligante pode não ser necessário se o processo de produção de pelo menos duas folhas unidirecionais permitir que a estrutura de monocamada seja suficientemente retida sem aplicação de um ligante, tal como a estrutura de uma monocamada formada de
15 uma tira plana.

Em uma concretização preferida, o ligante é um material de matriz polimérico e pode ser um material de termocura ou um material termoplástico ou misturas dos dois. O alongamento em ruptura do material de matriz é
20 preferivelmente maior que o alongamento das fibras. O ligante preferivelmente possui um alongamento de 2 a 600%, mais preferivelmente um alongamento de 4 a 500%. Materiais de matriz de termocura e termoplástico apropriados são enumerados, por exemplo, no WO 91/12136 A1 (páginas 15-21).
25 No caso do material de matriz se constituir em ésteres de vinila poliméricos de termocura, poliésteres insaturados, epóxies e resinas fenólicas são preferivelmente selecionados como material de matriz. No caso do material de matriz se constituir em poliuretanos poliméricos
30 termoplásticos, polivinilas, poliacrílicos, poliolefinas ou

copolímeros de bloco elastoméricos termoplásticos, tais como, copolímeros de bloco poliisopreno-polietileno-butileno-poliestireno ou copolímeros de bloco de poliestireno-poliisopreno-poliestireno são preferivelmente selecionados como material de matriz. Preferivelmente, o ligante consiste em polímero termoplástico, o ligante preferivelmente revestindo os filamentos individuais das fibras em uma monocamada, o ligante possuindo um módulo de tensão (determinado de acordo com ASTM D638, a 25°C) de pelo menos 250 MPa, mais preferivelmente de pelo menos 400 MPa. Tal ligante resultando em alta rigidez de uma folha unidirecional.

A quantidade do ligante na folha unidirecional sendo preferivelmente no máximo de 30% em peso, mais preferivelmente no máximo 25, 20 ou mesmo mais preferivelmente no máximo 15% em peso. Isso resulta em melhor desempenho retardador de chama.

O artigo compósito de acordo com a invenção possui preferivelmente um peso, nesse pedido também referido como densidade superficial de pelo menos 4,0 kg/m², mais preferivelmente de pelo menos 6,0 kg/m², mais preferivelmente de pelo menos 8,0 kg/m².

A folha unidirecional no artigo compósito de acordo com a invenção possui preferivelmente uma densidade superficial de pelo menos 2,0 kg/m², mais preferivelmente de pelo menos 4,0 kg/m², mais preferivelmente de pelo menos 6,0 kg/m². O artigo compósito de acordo com a invenção pode apropriadamente ser usado nas aplicações balísticas. As aplicações balísticas compreendem aplicações com ameaça balística contra balas de vários tipos incluindo perfuração

de armadura, denominadas AP, balas e partículas duras, tais como, por exemplo, fragmentos e estilhaços de granada.

No caso do artigo compósito de acordo com a invenção ser usado nas aplicações de balística onde uma ameaça
5 contra balas AP pode ser encontrada, a folha de metal preferivelmente está voltada para uma camada de cerâmica. Desse modo, é obtido um artigo com uma estrutura em camadas como se segue: camada de cerâmica/folha de metal/pelo menos duas folhas unidirecionais com a direção das fibras na
10 folha unidirecional em um ângulo com relação à direção das fibras em uma folha unidirecional adjacente. Materiais cerâmicos apropriados incluem, por exemplo, óxido de alumina, óxido de titânio, óxido de silício, carboneto de silício e carboneto de boro. A espessura da camada cerâmica
15 depende do nível de ameaça balística, porém geralmente varia entre 2 mm e 30 mm. Esse artigo compósito será posicionado preferivelmente, tal que, a camada cerâmica está voltada para a ameaça balística.

A invenção adicionalmente se refere a um processo para
20 produção de artigo compósito, compreendendo as etapas de:

- empilhamento de pelo menos 2 folhas unidirecionais pelo que a direção da fibra de alto desempenho em uma folha unidirecional está em um ângulo α com relação à direção da fibra em uma folha unidirecional adjacente e uma folha de
25 metal de espessura de pelo menos 0,25 mm e um ponto de fusão de pelo menos 350°C, seguido por

- consolidação das folhas empilhadas sob temperatura e pressão.

A consolidação pode ser realizada apropriadamente em
30 uma pressão hidráulica.

A temperatura durante a consolidação geralmente é controlada através da temperatura da prensa. Uma temperatura mínima geralmente é escolhida, tal que uma velocidade razoável de consolidação é obtida. Com relação a
5 isso, 50°C é um limite de temperatura baixo apropriado, preferivelmente esse limite mais baixo é de pelo menos 75°C, mais preferivelmente pelo menos 95°C, mais preferivelmente pelo menos 115°C. Uma temperatura máxima é escolhida abaixo da temperatura na qual a fibra de alto
10 desempenho perde suas propriedades mecânicas altas devido, por exemplo, à fusão. Preferivelmente, a temperatura é de pelo menos 10°C, preferivelmente pelo menos 15°C e mesmo pelo menos 20°C abaixo da temperatura de fusão da fibra. No caso da fibra não exibir uma temperatura de fusão clara, a
15 temperatura na qual a fibra começa a perder suas propriedades mecânicas seria lida ao invés da temperatura de fusão. No caso das fibras HPPE, por exemplo, que freqüentemente possuem uma temperatura de fusão de 155°C, a temperatura abaixo de 135°C geralmente será escolhida.

20 A pressão durante a consolidação preferivelmente é de pelo menos 7 MPa, mais preferivelmente pelo menos 10 MPa, mesmo mais preferivelmente pelo menos 13 MPa e mais preferivelmente pelo menos 16 MPa. Dessa forma, um artigo compósito rígido é obtido.

25 O tempo ótimo para consolidação geralmente varia de 5 a 120 minutos dependendo das condições, tais como, temperatura, pressão e espessura da peça e pode variar através da experimentação de rotina.

30 No evento dos artigos compósitos curvados sem produzidos pode ser vantajoso primeiro pré-conformar a

folha de metal na forma desejada, seguido por consolidação com as folhas unidirecionais.

O artigo compósito de acordo com a invenção é muito apropriado ao uso nas edificações e construções, por exemplo, como blindagem, nos veículos para terra, ar e mar incluindo, por exemplo, barcos e aeronaves e nas aplicações de balística, especialmente sob condições de calor e fogo.

Os métodos de teste são referidos no presente pedido como se segue:

10 - Viscosidade Intrínseca (IV) é determinada de acordo com o método PTC-179 (Hercules Inc. Rev. 29 de abril de 1982) a 135°C em decalina, o tempo de dissolução sendo de 16 horas, com DBPC como antioxidante em uma quantidade de 2 g/L de solução, por extrapolação da viscosidade conforme
15 medido em concentrações diferentes para concentração zero;

 - Propriedades de tensão (medidas a 25°C); resistência à tensão (ou resistência), módulo de tensão (ou módulo) e alongamento em ruptura (ou eab) são definidos e determinados em fios de múltiplos filamentos conforme
20 definido no ASTM D885M, empregando um comprimento de calibre nominal da fibra de 500 mm, uma velocidade de cruzeta de 50%/minutos. Com base na curva de tensão-estresse medida o módulo é determinado como o gradiente entre 0,3 e 1% de tensão. Para cálculo do módulo e
25 resistência, as forças de tensão medidas são divididas pela titulação, conforme determinado pelo peso de 10 metros de fibra; valores na GPa são calculados presumindo-se uma densidade de 0,97 g/cm³. As propriedades de tensão das películas finas foram medidas de acordo com o ISO 1184(H).
30 Temperatura da combustão: é um teste de retardo de chama de

acordo com o ISO 4589-3 padrão, pelo que é determinada a temperatura na qual o espécime de teste vertical de dimensões prescritas, submetido à chama definida pára de queimar no ar com 20,9% em volume de oxigênio. O teste é
5 conduzido, pelo que a folha de metal está voltada para a chama. Se a temperatura de combustão estiver acima de 200°C, a amostra passa no teste.

- Índice de toxicidade: é determinado de acordo com o NES713 padrão, pelo que em uma caixa de teste de
10 toxicidade, cerca de 1 g (10*10*4 mm) do material deve ser completamente queimado a 1.100°C com a chama em uma caixa com um volume de aproximadamente 1 m³. Após isso, os gases de combustão são analisados e o resultado é expresso como um índice de toxicidade. Se o índice estiver abaixo de um
15 valor de 4, a amostra "PASSA" no teste.

- Índice de fumaça: é determinado de acordo com o NES71 1 padrão, pelo que uma amostra de dimensões prescritas é colocada na vertical na frente de uma fonte de calor. O teste é conduzido, pelo que a folha de metal está
20 voltada para a fonte de calor. A fumaça é analisada e o resultado é expresso como um índice de fumaça. Se o índice estiver abaixo de um valor de 50, a amostra "PASSA" no teste.

- Propriedades retardadores de fogo foram testadas de
25 acordo com o teste de toxicidade e fumaça parte 2 da International Maritime Organisation (IMO) Fire Test Procedure (FTP) Codes 1998, incluindo revisão MSC/Circ. 1008; IMO FTP Resolução A.653(16) avaliado de acordo com a Parte 5 do Anexo 1 da IMO FTP Code para revestimentos de
30 parede e teto e ISO 4589-3.

A invenção é explicada com referência ao experimento e exemplos comparativos que se seguem, sem contudo ser limitada aos mesmos.

Folha Unidirecional

5 Como uma folha unidirecional foi empregada uma folha com 2 monocamadas de fibras de polietileno orientadas unidirecionais e um ligante com a direção das fibras de polietileno em uma monocamada estando a um ângulo de 90 graus em relação à direção das fibras de polietileno em uma
10 monocamada adjacente. As fibras de polietileno são fibras de arrasto alto de polietileno linear de peso molar alto, Dyneema® SK76 da DSM Dyneema-Netherlands, com uma resistência de 36 cN/dtex, um módulo de 1.180 cN/dtex e uma finura de 2 denier por filamento.

15 Além das fibras de polietileno, a monocamada continha 18% em peso do ligante consistindo em poliuretano com base em polieterdiol e diisocianato alifático. A densidade superficial da folha unidirecional era de 130,5 g/m².

20 Procedimento para compressão das folhas unidirecionais:

Um número das folhas unidirecionais mencionadas acima foi empilhado para render uma embalagem, pelo que a embalagem em sua totalidade foi colocada entre duas placas de uma prensa padrão. A temperatura das placas estava entre
25 125-130°C. A embalagem foi retida na prensa até a temperatura no centro da embalagem ser de 115-125°C. Subseqüentemente, a pressão foi aumentada para uma pressão compressiva de 30 MPa e a embalagem foi mantida nessa pressão por 65 minutos. Subseqüentemente a embalagem foi
30 resfriada para uma temperatura de 60°C na mesma pressão

compressiva.

Experimento Comparativo A

390 folhas unidirecionais compreendendo fibras de polietileno foram empilhadas e prensadas de acordo com o procedimento para compressão de folhas unidirecionais conforme descrito acima. Uma superfície da pilha comprimida obtida de folhas unidirecionais foi tratada mecanicamente com lixa. Uma folha de alumínio 7039A de 0,15 mm de espessura foi tomada e também tratada mecanicamente com lixa. A folha de alumínio 7039A foi colada sobre a superfície tratada mecanicamente da pilha comprimida de folhas unidirecionais com Sikaflex(R) 252; subseqüentemente a folha de alumínio 7039A e a pilha prensada de folhas unidirecionais foram colocadas em uma prensa padrão a temperatura ambiente e durante 30 minutos uma pressão de 10 MPa foi aplicada. As amostras foram tomadas conforme necessário para testes individuais. Os resultados são fornecidos na Tabela 1.

Exemplo I

Um produto igual ao produto do Experimento Comparativo A foi produzido com a única diferença de que a espessura da folha de alumínio 7039A era de 0,5 mm.

Exemplo II

390 folhas unidirecionais compreendendo fibras de polietileno foram empilhadas. Nas duas superfícies externas dessa pilha foi colocado um tecido tramado de vidro-E de 250 g/m²; o tecido tramado de E-vidro foi impregnado com um éster vinílico. Em cada um dos dois tecidos tramados, foi posicionada uma folha de alumínio 7039A de 0,75 mm de espessura. A pilha obtida de alumínio/tecido tramado de E-

vidro/folhas unidirecionais compreendendo fibras de polietileno/tecido tramado de E-vidro/alumínio foi colocada em uma prensa e comprimida de acordo com o procedimento para compressão de folhas unidirecionais conforme descrito
5 acima. As amostras foram tomadas conforme necessário para os testes individuais. Os resultados são fornecidos na Tabela 1.

Exemplo III

390 folhas unidirecionais compreendendo fibras de polietileno foram empilhadas. Sobre uma das duas
10 superfícies externas dessa pilha foi colocado um tecido tramado de vidro-E de 250 g/m²; o tecido tramado de E-vidro foi impregnado com um éster vinílico. Sobre o tecido tramado, foi posicionada uma folha de alumínio 7039A de 5
15 mm de espessura. A pilha obtida de alumínio/tecido tramado de E-vidro/folhas unidirecionais compreendendo fibras de polietileno foi colocada em um forno e pré-aquecida durante 1 hora a 100°C, seguido por colocação em uma prensa e prensagem da mesma forma como para o Experimento II. As
20 amostras foram tomadas conforme necessário para os testes individuais. Os resultados são fornecidos na Tabela 1.

Exemplo IV

Um painel composto de 800 mm x 115 mm compreendendo uma placa frontal de alumínio de 0,5 mm ligada a uma folha
25 comprimida de 8 mm compreendendo folhas unidirecionais.

O painel composto passou no teste de Fumaça e Toxicidade IMO FTP Codes 1998, Parte 2, incluindo revisão MSC/Circ. 1008 e IMO FTP Resolução A.653(16) avaliado de acordo com a Parte 5 do Anexo 1 do IMO FTP Code para
30 revestimentos de parede e teto.

Exemplos V-X

Um artigo compósito foi produzido por formação de uma pilha de folhas unidirecionais (UD). As folhas foram empilhadas até a densidade superficial desejada ser obtida, com camadas de alumínio adicionais (Al), aço (Armox 500) ou cerâmica (C; tipo de cerâmica era Al_2O_3) sendo adicionadas conforme necessário. O alumínio e o aço foram pré-tratados por esmerilhagem com lixa e gravação química com ácido nítrico a 8% em peso para aperfeiçoar a adesão lateron à UD. A pilha foi então transferida para uma prensa e prensada a uma temperatura de 125°C e uma pressão de 16,5 MPa por 30 minutos, seguido por resfriamento sob pressão a 55°C.

Um teste de balística foi realizado usando projéteis simulando fragmento de 20 mm (53,8 g) (FSP) e projéteis de perfuração de armadura (AP) de 14,5 mm (64 g). Os artigos compósitos foram testados quanto ao desempenho de balística por disparo dos projéteis (FSP ou AP) nos artigos compósitos a uma velocidade entre 916 m/s e 1.147 m/s. Artigo compósito passaria no teste se o projétil com a velocidade mencionada parasse. O artigo compósito não passaria no teste se o projétil penetrasse no artigo compósito na velocidade mencionada.

Os Exemplos IV e V ressaltam que a disposição das camadas contribui para a eficácia do compósito, com Al voltado para o compósito funcionando como uma barreira melhor ao FSP em comparação à UD voltada para o compósito. Os experimentos comparativos (B-D) indicam que nem a UD com 38 mm de espessura nem Al foram capazes de suportar o impacto de um FSP com uma velocidade de 1.065-1.070 m/s. Um

aumento na espessura da folha de Al para 50 mm (experimento comparativo D) foi necessário para a folha funcionar eficazmente.

Os resultados ressaltam o efeito sinérgico do material compósito que, a despeito de ser mais fino (24 mm Al + 12 mm UD), em relação às estruturas de monocamada nos exemplos comparativos (38 mm) forneceu desempenho superior.

Os Exemplos VI e VII indicaram que o compósito de Aço/UD, mesmo em uma espessura de 42 mm, foi insuficiente para suportar o impacto de projéteis AP de 14,5 mm. Contudo, através da inclusão de uma camada de cerâmica adicional os compósitos se tornam barreiras eficazes contra ambos projéteis FSP e AP. A inclusão de uma camada de cerâmica de 18 mm permite que os compósitos (Exemplos VIII-X) passem no teste de balística contra ambos projéteis FSP e AP com uma densidade superficial inferior e espessura quando comparado com o Exemplo VII (compósito de Aço/UD).

Tabela 1

Ex./Ex. Comparativo	Temperatura de combustão	Índice de toxicidade	Índice de fumaça
<u>A</u>	falhou		
<u>I</u>	Passou	Passou	Passou
<u>II</u>	Passou	Passou	Passou
<u>III</u>	Passou		Passou

Tabela 2 - Resultados do teste IMO FTP Parte 5

Teste	Critérios	Exemplo IV
Fluxo crítico em extinção	$\geq 20 \text{ kW/m}^2$	$> 50,5 \text{ kW/m}^2$
Calor para combustão prolongada	$\geq 1,5 \text{ MJ/m}^2$	NC
Liberação de calor total	$\leq 0,7 \text{ MJ}$	0,1 MJ

Taxa de liberação de calor máxima	$\leq 4,0 \text{ kW}$	0,1 kW
-----------------------------------	-----------------------	--------

NC = não calculada quando a dispersão da chama é inferior a 180 mm.

Tabela 3: Resultados do Teste de Balística

Ex./Exp #	Compósito ¹	Espessura	Densidade superficial kg/m ²	Projétil	Velocidade m/s	Observações
IV	AI/UD	24/12 mm	77	FSP	1.050	Passou
V	UD/AI	12/24 mm	77	FSP	1.041	Falhou
VI	Aço/UD	24/12 mm	118	AP	924	Falhou
VII	Aço/UD	24/18 mm	164	AP	916	Falhou
VIII	C/Aço/ UD	18/6/9 mm	124	AP	925	Passou
IX	C/Aço/ UD	18/6/9 mm	124	AP	1.074	Passou
X	C/Aço/ UD	18/6/9 mm	124	FSP	1.147	Passou
B	UD	38 mm	38	FSP	1.066	Falhou
C	AI	38 mm	103	FSP	1.068	Falhou
D	AI	50 mm	135	FSP	1.050	Passou

1. A primeira camada ordenada está voltada para a ameaça balística.

REIVINDICAÇÕES

1. Artigo compósito caracterizado pelo fato de que compreende uma folha de metal e pelo menos duas folhas unidirecionais, pelo que a espessura da folha de metal é
5 pelo menos de 0,25 mm, com o metal na folha de metal possuindo um ponto de fusão de pelo menos 350°C, pelo que as folhas unidirecionais compreendem pelo menos duas monocamadas de fibras de alto desempenho orientadas unidirecionais com a direção das fibras em uma monocamada
10 estando a um ângulo α com relação à direção das fibras em uma monocamada adjacente.

2. Artigo compósito, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que compreende adicionalmente um ligante.

15 3. Artigo compósito, de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizado pelo fato de que o metal na folha de metal é escolhido do grupo de alumínio, magnésio, titânio, níquel, cromo e ferro ou suas ligas.

20 4. Artigo compósito, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1, 2 ou 3, caracterizado pelo fato de que o artigo compósito compreende pelo menos 40 folhas unidirecionais.

25 5. Artigo compósito, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1, 2, 3 ou 4, caracterizado pelo fato de que o peso da fibra nas folhas unidirecionais está entre 10 e 250 g/m².

30 6. Artigo compósito, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1, 2, 3, 4 ou 5, caracterizado pelo fato de que nas folhas unidirecionais a quantidade de ligante é de no máximo 30% em peso.

7. Artigo compósito, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1, 2, 3, 4, 5 ou 6, caracterizado pelo fato de que a espessura da folha de metal é de no máximo 50 mm.

8. Artigo compósito, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1, 2, 3, 4, 5, 6 ou 7, caracterizado pelo fato de que as fibras de alto desempenho na folha unidirecional possuem uma resistência à tensão de pelo menos 1,2 GPa e um módulo de tensão de pelo menos 40 GPa.

9. Artigo compósito, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 ou 8, caracterizado pelo fato de que a fibra de alto desempenho é uma fibra de poliolefina, especialmente uma fibra de polietileno, uma fibra de álcool polivinílico, uma fibra de poliarilonirila, uma fibra de poliamida aromática, especialmente poli(p-fenileno teraftalamida), um polímero cristalino líquido e fibra polimérica semelhante à escada, tal como, polibenzimidazol ou polibenzoxazol, especialmente poli(1,4-fenileno-2,6-benzobisoxazol) ou poli(2,6-dimidazo[4,5-b-4',5'-e]piridinileno-1,4-(2,5-diidróxi)fenileno).

10. Artigo compósito, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8 ou 9, caracterizado pelo fato de que o artigo compósito possui um peso de pelo menos 4,0 kg/m².

11. Artigo compósito, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 ou 10, caracterizado pelo fato de que a camada de ligação está presente entre a folha de metal e pelo menos duas folhas unidirecionais, a camada de ligação compreendendo uma camada tramada ou uma camada não tramada de fibra inorgânica.

12. Artigo compósito, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10 ou 11, caracterizado pelo fato de que a superfície da folha de metal oposta à superfície voltada para as folhas unidirecionais está voltada para a camada cerâmica.

13. Artigo compósito retardador de chama caracterizado pelo fato de que compreende uma folha de metal de espessura de pelo menos 0,25 mm e pelo menos duas folhas unidirecionais, o artigo retardador de chama possuindo uma temperatura de combustão de pelo menos 200°C de acordo com ISO 4589-3.

14. Processo para fabricação de um artigo compósito caracterizado pelo fato de que compreende as etapas de:

- empilhamento de pelo menos duas folhas unidirecionais, cada folha unidirecional compreendendo folhas de monocamada de fibras de alto desempenho orientadas unidirecionais, pelo que a direção das fibras de alto desempenho orientadas unidirecionais está em um ângulo α em relação à direção da fibra em uma folha de monocamada adjacente e uma folha de metal de espessura de pelo menos 0,25 mm e um ponto de fusão de pelo menos 350°C, seguido por

- consolidação das folhas empilhadas sob temperatura e pressão.

15. Uso do artigo compósito de qualquer uma das reivindicações 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12 ou 13 caracterizado pelo fato de que é nas edificações e construções, veículos e aplicações de balística.

ARTIGO COMPÓSITO, UM PROCESSO PARA SUA FABRICAÇÃO E USO

A invenção se refere a um artigo compósito compreendendo uma folha de metal de pelo menos 0,25 mm de espessura e pelo menos duas folhas unidirecionais, com o
5 metal na folha de metal possuindo um ponto de fusão de pelo menos 350°C, pelo que as folhas unidirecionais compreendem pelo menos duas monocamadas de fibras de desempenho alto orientadas unidirecionais, com a direção das fibras em uma monocamada estando em um ângulo α em relação à direção das
10 fibras em uma monocamada adjacente. A invenção se refere, adicionalmente, a um processo para fabricação de um artigo compósito e ao uso do artigo compósito nas edificações e construções, veículos e aplicações de balística, especialmente sob condições de calor e fogo.