



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

(21) PI 0714821-6 A2



* B R P I 0 7 1 4 8 2 1 A 2 *

(22) Data de Depósito: 01/08/2007
(43) Data da Publicação: 21/05/2013
(RPI 2211)

(51) Int.Cl.:
C08K 3/22

(54) Título: COMPOSIÇÕES E MÉTODOS PARA PROTEÇÃO DE SUBSTRATOS CONTRA FLUXO DE CALOR E FOGO

(30) Prioridade Unionista: 01/08/2006 US US 60/834,696

(73) Titular(es): Rutgers, Universidade do Estado de New Jersey

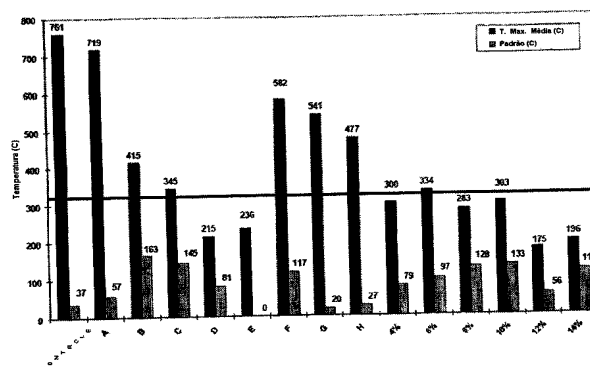
(72) Inventor(es): Lynch, Jennifer K, Mazar, Mark N, Nosker, Patrick, Nosker, Thomas

(74) Procurador(es): Mirian Oliveira da Rocha Pitta

(86) Pedido Internacional: PCT US2007074974 de
01/08/2007

(87) Publicação Internacional: WO 2008/016975de
07/02/2008

(57) Resumo: COMPOSIÇÕES E MÉTODOS PARA A PROTEÇÃO DE SUBSTRATOS CONTRA FLUXO DE CALOR E FOGO. Uma composição para revestimento protetor contra chama ou fluxo de calor, que inclui a dispersão de fibra de vidro em silicone. Também é apresentada uma lâmina protetora contra chama ou fluxo de calor, que inclui fibra de vidro e silicone na forma de uma lâmina, em que a fibra de vidro fica dispersa no silicone ou a fibra de vidro é um tecido recoberto com o silicone. São também apresentados artigos que incorporam o revestimento ou lâmina protetora contra chama ou fluxo de calor e métodos para se revestir um artigo com a composição para revestimento protetor contra chama ou fluxo de calor.



COMPOSIÇÕES E MÉTODOS PARA A PROTEÇÃO DE SUBSTRATOS CONTRA FLUXO DE CALOR E FOGO

Referência Cruzada a Pedidos Afins

5 Este pedido reivindica anterioridade ao Pedido Provisório U.S. No. de Série 60/834.696, que foi depositado em 1 de agosto de 2006, e cuja descrição fica incorporada ao presente por referência.

Declaração com Respeito a Pesquisa Patrocinada pelo Governo Federal

10 O Governo dos Estados Unidos tem uma licença paga relativa a esta invenção e o direito, em circunstâncias limitadas, de exigir que o proprietário da patente licencie terceiros de acordo com termos razoáveis, conforme previsto nos termos da concessão W15QKN-06-P-0262 outorgada pelo
15 Exército dos Estados Unidos.

Antecedentes da Invenção

Revestimentos de barreira térmica (TBC, do inglês Thermal Barrier Coatings) isolam e protegem um substrato contra o fluxo de calor prolongado ou excessivo, e
20 possibilitam que o material do substrato retenha a integridade de sua propriedade mecânica durante o serviço. A seleção do tipo de sistema e seus componentes depende da aplicação. O calor pode ser dissipado para longe de um substrato por vários métodos, inclusive "heat sinks",
25 resfriamento ativo, resfriamento por transpiração, resfriamento por irradiação, e intumescência.

Existe a necessidade de um revestimento que seja capaz de proteger um substrato contra a exposição a temperaturas elevadas e que possua uma alta resistência contra quebra
30 (isto é, dureza) e capacidade de adesão sob temperaturas rigorosamente baixas, ao mesmo tempo em que é submetido a um alto esforço mecânico.

Sumário da Invenção

A presente invenção refere-se a uma composição para

revestimento de proteção contra chama ou fluxo de calor, que inclui a dispersão de fibra de vidro em silicone. A invenção também apresenta uma lâmina protetora contra chama ou fluxo de calor, que inclui fibra de vidro e silicone na forma de uma lâmina, em que a fibra de vidro fica dispersa no silicone ou é um tecido recoberto com o silicone. Também são apresentados um método para revestir um artigo com um revestimento protetor contra chama ou fluxo de calor e artigos que incorporam o revestimento ou lâmina protetora contra chama ou fluxo de calor.

Breve Descrição dos Desenhos

A Figura 1 é uma tabela que apresenta descrições dos revestimentos testados.

A Figura 2 é um gráfico da temperatura versus tempo referente ao teste de chama.

A Figura 3 é um gráfico que ilustra os resultados médios do teste de chama.

Descrição Detalhada da Invenção

O componente fibra de vidro confere alta emissividade à composição da presente invenção. Emissividade é a capacidade que um material tem de absorver e radiar energia como uma função de sua temperatura, e é definida no presente como o índice de energia total radiada por um material a um corpo negro à mesma temperatura. Um corpo negro absorve toda a radiação eletromagnética e é um radiador ideal, com emissividade 1. As emissividades de todos os objetos não-corpos negros são inferiores a um e são determinadas pela temperatura do objeto, suas características de superfície, sua forma geométrica e tamanho, e sua composição química. Para dissipar o calor, são desejáveis valores altos de emissividade, próximos de um. A emissividade da fibra de vidro está na faixa de 0,87 a 0,95.

A fibra de vidro também proporciona uma composição de

revestimento com uma condutividade de calor relativamente baixa e, sendo assim, com um alto valor de isolamento térmico. Por exemplo, uma extremidade de um fio de fibra de vidro é capaz de radiar calor para fora de um substrato
5 revestido quando submetida a altas temperaturas, ao mesmo tempo em que a outra extremidade do mesmo fio isola o substrato do calor radiado.

O componente fibra de vidro está presente em uma quantidade adequada para promover resfriamento por radiação
10 efetivo quando exposto ao calor. Em uma incorporação, o componente fibra de vidro está presente em uma quantidade equivalente a aproximadamente de 4% a 14% do peso da composição. Preferivelmente, a quantidade de fibra de vidro equivale a aproximadamente de 8% a 14% do peso da
15 composição; mais preferivelmente, de cerca de 8% a cerca de 12% do peso da composição.

O componente fibra de vidro pode ter fibras de qualquer comprimento e diâmetro adequado. O componente fibra de vidro também pode incluir fibras que tenham uma
20 mistura de comprimentos e diâmetros adequados. Preferivelmente, o comprimento da fibra está na faixa de cerca de 1 mm a cerca de 20 mm. O diâmetro preferencial da fibra varia de cerca de 6 μm a cerca de 19 μm . Opcionalmente, pelo menos uma porção do material de
25 engomação é retirada do componente fibra de vidro antes da combinação com o componente silicone.

O componente silicone confere ao revestimento flexibilidade mecânica e estabilidade térmica ao longo de uma ampla faixa de temperaturas (por exemplo, de 110 a
30 400°F). Além disso, a decomposição do componente silicone sob temperaturas elevadas (por exemplo, acima de 400°F) em dióxido de silicone e óxido de silicone absorve uma grande quantidade de energia da fonte de calor. Mais ainda, como resultado da degradação do silicone, grandes áreas de

superfície da fibra de vidro ficam expostas. A rede entrelaçada de fibra de vidro exposta aumenta o grau de resfriamento radiativo do revestimento e serve como isolamento, permanecendo assentada nas camadas inferiores, mais frias, de silicone, próximas da superfície do substrato protegido.

Preferivelmente, o componente silicone inclui dimetilsiloxano e polidimetilsiloxano.

Um outro aspecto da presente invenção inclui um método para a aplicação de uma composição para revestimento protetor contra chama ou fluxo de calor sobre pelo menos uma parte de um artigo, sendo que a composição inclui uma dispersão de fibra de vidro em silicone. Em uma incorporação preferencial, o revestimento é aplicado sendo pincelado sobre um substrato. Em outra incorporação, o revestimento é aplicado imergindo-se o substrato na composição de revestimento. Ao se aplicar o revestimento, uma camada uniforme não é essencial, mas o revestimento deve ser suficientemente espesso para que não se possa enxergar a superfície subjacente.

Um outro aspecto da presente invenção inclui um artigo do qual pelo menos uma porção é revestida com uma composição que inclui fibra de vidro dispersa em silicone.

Os substratos adequados para o artigo revestido incluem, por exemplo, termoplásticos, compostos termoplásticos, polietileno, madeira, pedra, metal (por exemplo, aço), cerâmica, vidro, materiais de alvenaria (por exemplo, tijolos, mármore, granito, travertino, calcário, blocos de concreto, blocos de vidro, azulejos, etc.) e semelhantes. Por exemplo, as patentes U.S. Nos. 6.191.228, 5.951.940, 5.916.932, 5.789.477 e 5.298.214 descrevem compostos estruturais de pranchas de plástico recicladas feitas com plástico pós-consumidor e pós-industrial, em que poliolefinas são mescladas com poliestireno ou um material

de fibra revestido com termoplástico, tal como fibra de vidro. As descrições de todas as cinco patentes ficam incorporadas ao presente por referência.

O artigo revestido pode ter qualquer formato ou forma, 5 por exemplo, um corte transversal redondo, um corte transversal retangular, um corte transversal na forma de ampulheta, a forma de uma lâmina, ou uma combinação desses. O Pedido U.S. No. 60/486.205, depositado em 8 de julho de 2003, o Pedido U.S. No. 60/683.115, depositado em 19 de 10 maio de 2005, Pedido U.S. No. 10/563.883, depositado em 9 de janeiro de 2006 e o Pedido Internacional No. PCT/US06/19311, depositado em 19 de maio de 2006 descrevem exemplos de formas para compostos plásticos, e todas as suas descrições ficam incorporadas ao presente por 15 referência. Em uma incorporação, o artigo é uma viga em L, uma viga em I, uma viga em C, uma viga em T, ou uma combinação das mesmas.

Exemplos de artigos adequados para serem revestidos com a composição da presente invenção incluem, sem 20 limitação, caixas de aço para munição, dormentes de estrada de ferro, canos de plástico, toras de madeira, esquadrias, cascos de embarcações, chassis de caminhonetes, latas de gasolina, tanques de combustível em automóveis, aeroplanos, navios e submarinos, áreas próximas de componentes 25 operacionais de temperatura elevada, tais como câmaras de ignição, infra-estruturas como, por exemplo, estruturas de suporte de edifícios e cabos em pontes suspensas, tanques para armazenamento sob alta pressão e semelhantes.

A composição da presente invenção também pode ser 30 incorporada na forma de uma lâmina. Por exemplo, os componentes silicone e fibra de vidro podem ser combinados em uma extrusora e extrusados em um molde de lâmina. Em outra incorporação, um tecido de fibra de vidro é revestido com o componente silicone.

Exemplos de aplicações para a presente invenção na forma de lâminas incluem, sem limitação, tecidos como, por exemplo, tecidos e mantas protetores contra fogo e lâminas aplicadas a quaisquer dos artigos mencionados acima como adequados para serem revestidos com a composição da presente invenção.

Os seguintes exemplos não limitantes estipulados abaixo ilustram certos aspectos da invenção.

Exemplos

10 Exemplo 1 - Preparação de Amostra

Foram preparadas mesclas de 4, 6, 8, 10, 12 e 14% do peso de fibra de vidro em silicone, com traços de óleo de silicone. Os componentes foram mesclados em um misturador e aplicados sobre um cupom de aço com uma espátula para massa tendo como alvo uma espessura de 1,6 mm ou menos. Os revestimentos de fibra de vidro/silicone foram comparados com sete produtos comerciais (Figura 1) em um teste flexural em baixa temperatura e um teste de chama direta em alta temperatura. Os revestimentos foram aplicados sobre cupons de aço padronizados, de 76 por 152 por 0,735 mm. Foram testados, em ambas as experiências, três espécimes por amostra, ou tipo de revestimento.

Exemplo 2 - Teste Flexural em Baixa Temperatura

Placas de aço revestidas foram recozidas em gelo seco, a aproximadamente -79°C , por pelo menos 15 minutos, e em seguida foram curvadas ao redor de um mandril de 0,64 cm até um ângulo de 180° . Durante o teste foram tiradas fotografias de cada espécime aos 30° , 90° e 180° de curvatura. A observação visual forneceu informações sobre a resposta do revestimento ao choque térmico quando vinculado a um substrato de aço e indicou o tipo e gravidade dos danos à superfície incorridos devido à curvatura sob baixas temperaturas. O revestimento bem sucedido não apresentou danos à superfície após o teste.

Durante a curvatura, o revestimento se estica para acomodar a nova e maior área da superfície do substrato. A superfície do revestimento está em tensão e recebe a mais alta porcentagem de esforço durante a curvatura. Assim, começa a formação de rachaduras na superfície do revestimento. O fracasso do revestimento é indicado pelo desenvolvimento e propagação de rachaduras no revestimento e pela delaminação. As indicações comuns do fracasso incluem a formação de rachaduras minúsculas paralelamente ao eixo da curvatura na região da deformação, rachaduras grandes que causam o desprendimento de partes do revestimento, expondo o substrato, e algumas quebras. Em alguns casos, o revestimento também foi delaminado. Esses tipos de falhas na superfície indicam um revestimento com pouca resistência a falhas em baixas temperaturas, que acabará por se desprender ou delaminar, expondo o substrato e criando uma fonte de calor radiativo.

Como indica a Figura 1, os Produtos A, B, C, D, E e G não passaram no teste flexural em baixa temperatura devido à formação de rachaduras. Em ângulos de curvatura mais rigorosos, as rachaduras iniciais simplesmente se propagaram, fazendo com que pedaços do revestimento se desprendessem do substrato, e/ou o revestimento foi delaminado. Na amostra do Produto C, 2 dos 3 espécimes passaram e, na amostra do Produto G, 1 de 3 espécimes passou. Entretanto, todos os espécimes por amostra precisam passar no teste para que a amostra seja considerada um sucesso. O Produto H, um revestimento baseado em silicone, foi o único revestimento comercial testado que não sofreu qualquer dano de superfície e passou no teste flexural de baixa temperatura. O revestimento do composto fibra de vidro/silicone não sofreu qualquer dano de superfície, permaneceu aderido ao substrato durante a curvatura e passou pelo teste de curvatura em baixa temperatura. A

espessura do revestimento não pareceu afetar significativamente o desempenho em temperatura baixa. No caso do Produto E e o composto fibra de vidro/silicone, os espécimes foram preparados em várias espessuras. Todos os
5 espécimes do Produto E falharam, ao passo que todos os espécimes do composto fibra de vidro/silicone passaram no teste.

Exemplo 3 - Teste de Chama

Uma chama produzida por uma tocha de propano foi
10 aplicada perpendicularmente ao lado revestido de um espécime. Um sensor infravermelho (*Omega OS550 Series Infrared Industrial Pyrometer*) foi alinhado ao mesmo eixo que a chama e mediu a temperatura em função do tempo no lado de trás do cupom de aço vertical. O comprimento do
15 cone interno da chama foi ajustado em 3,175 cm, e a ponta do cone interno, que é a parte mais quente da chama, foi posicionada diretamente sobre a superfície da amostra 2,54 cm acima da beira inferior a no centro transversal da amostra. Essa configuração forneceu os piores resultados
20 para aquecimento direto a temperatura elevada. A temperatura adiabática da chama de propano no ar é de aproximadamente $1927^{\circ}\text{C} \pm 38^{\circ}\text{C}$. A chama foi aplicada por uma duração total de dez minutos. Considera-se que um revestimento não passou no teste se a temperatura máxima
25 detectada pelo sensor de IV exceder 316°C . A temperatura máxima atingida para cada revestimento foi comparada com o espécime de controle, uma placa de aço sem revestimento, como ponto de referência.

Os resultados do teste de chama são apresentados
30 graficamente nas Figuras 2 e 3. Os dados de temperatura média versus tempo coletados durante o teste de chama para cada amostra são apresentados na Figura 2 e a temperatura máxima média e desvio padrão por amostra na Figura 3. O revestimento de 12% de fibra de vidro/silicone manteve a

temperatura máxima mais baixa entre todos os revestimentos. Na Figura 3, a linha preta horizontal significa o limite de temperatura de 316°C para passar/não passar no teste e separa os revestimentos que passaram no teste da chama dos que não passaram (isto é, os revestimentos com uma temperatura máxima abaixo da linha passaram no teste, e os que ficaram acima da linha não passaram).

Os revestimentos com uma temperatura máxima abaixo do limite foram os Produtos D e E e os revestimentos do composto fibra de vidro/silicone (excluindo-se a composição de 6% de fibra de vidro). As temperaturas máximas médias dos Produtos A, B, C, F, G e H excederam o limite, não passando no teste.

Os exemplos e descrições de incorporações preferenciais acima devem ser considerados ilustrativos e não limitativos da presente invenção conforme ela é definida pelas reivindicações. Como será prontamente reconhecido, numerosas variações e combinações das características estipuladas acima podem ser utilizadas sem se afastar da presente invenção conforme estipulam as reivindicações. As referidas variações não são consideradas como divergências do espírito e texto da invenção, e todas essas variações se destinam a serem incluídas no escopo das reivindicações seguintes.

Reivindicações

1. Uma composição para revestimento protetor contra chama ou fluxo de calor, caracterizada por: consistir de fibra de vidro dispersa em silicone.
- 5 2. A composição conforme a reivindicação 1, caracterizada por: a dita fibra de vidro estar presente em uma quantidade equivalente a aproximadamente de 8% a 14% do peso da composição.
- 10 3. A composição conforme a reivindicação 2, caracterizada por: a dita fibra de vidro estar presente em uma quantidade equivalente a aproximadamente de 8% a 12% do peso da composição.
- 15 4. A composição conforme a reivindicação 1, caracterizada por: a dita fibra de vidro consistir de fibras com um comprimento de cerca de 1 mm a cerca de 20 mm.
5. A composição conforme a reivindicação 1, caracterizada por: a dita fibra de vidro consistir de fibras com um diâmetro de cerca de 6 μm a cerca de 19 μm .
- 20 6. A composição conforme a reivindicação 1, caracterizada por: ter sido removida da dita fibra de vidro pelo menos uma porção do material de engomação.
- 25 7. Um artigo caracterizado por: consistir, no mínimo, de uma porção de uma superfície revestida com a composição da reivindicação 1.
8. O artigo conforme a reivindicação 7, caracterizado por: a superfície consistir de um material selecionado no grupo que consiste de metal, termoplásticos, compostos termoplásticos, polietileno, madeira, pedra, cerâmica,
- 30 vidro, materiais de alvenaria, e combinações dos mesmos.
9. O artigo conforme a reivindicação 7, caracterizado por: o dito artigo ser selecionado no grupo que consiste de caixas de aço para munição, dormentes de estrada de ferro, canos de plástico, toras de madeira, esquadrias, cascos de

embarcações, chassis de caminhonetes, latas de gasolina, tanques de combustível em automóveis, aeroplanos, navios e submarinos, áreas próximas de componentes operacionais de temperatura elevada, tais como câmaras de ignição, infra-estruturas como, por exemplo, estruturas de suporte de edifícios e cabos em pontes suspensas, e tanques para armazenamento sob alta pressão.

10. Uma lâmina protetora contra chama ou fluxo de calor consistindo de fibra de vidro e silicone em forma de lâmina, caracterizada por: a dita fibra de vidro ser dispersa no silicone ou ser um tecido revestido com silicone.

11. Um artigo que consiste da lâmina conforme a reivindicação 10, caracterizado por: o dito artigo ser selecionado no grupo que consiste de tecidos, caixas de aço para munição, dormentes de estrada de ferro, canos de plástico, toras de madeira, esquadrias, cascos de embarcações, chassis de caminhonetes, latas de gasolina, tanques de combustível em automóveis, aeroplanos, navios, submarinos, áreas próximas de componentes operacionais de temperatura elevada, tais como câmaras de ignição, infra-estruturas como, por exemplo, estruturas de suporte de edifícios e cabos em pontes suspensas, tanques para armazenamento sob alta pressão.

12. O artigo conforme a reivindicação 11, caracterizado por: o dito tecido ser incorporado em roupas protetoras contra fogo ou mantas protetoras contra fogo.

13. Um método para revestir um artigo com uma camada de revestimento protetor contra chama ou fluxo de calor, caracterizado por: consistir na aplicação da composição conforme a reivindicação 1 sobre pelo menos uma porção do dito artigo.

FIGURA 1

Produto	Descrição/Componentes	Mecanismo de Resfriamento	Teste de Chama	Teste Flexural Baixa Temperatura
A	Resina Epóxi: 4% Clorofosfato no catalisador (S)	Intumescente	Não passou	Não Passou
B	Resina Epóxi: 4% Clorofosfato no catalisador (H)	Intumescente	Não passou	Não Passou
C	Revestimento de barreira passiva contra fogo, Tinta de látex à base de água, Sem compostos halogenados	Intumescente	Não passou	Não Passou
D	Tinta de látex à base de água: Dióxido de titânio, Melamina, Vinil acetato / Copolímero acrílico, Polifosfato de amônio, Água, Sem compostos halogenados	Intumescente	Passou	Não Passou
E	À base de água: Dióxido de titânio, Melamina, Vinil acetato, Látex, Dipentaeritritol, Polifosfato de amônio, Água, Óxido de alumínio, Dióxido de Silicose	Intumescente	Passou	Não Passou
F	Acrílico aquoso, flexível, co-misturado com fosfinatos orgânicos, argila nano-dimensional organo-catiónica, talco, borato de zinco e água. Sem compostos halogenados	Intumescente	Não passou	Não Passou
G	Acrílico aquoso flexível e um carbonizador intumescente composto de nano-fibras de carbono e grafite. Sem compostos alógenados	Carbonizador intumescente	Não passou	Não Passou
H	Revestimento à base de silicone. Sem compostos alógenados	Intumescente	Não passou	Passou
4%	4% Fibras de vidro em matriz de silicone	Emissividade	Passou	Passou
6%	6% Fibras de vidro em matriz de silicone	Emissividade	Não passou	Passou
8%	8% Fibras de vidro em matriz de silicone	Emissividade	Passou	Passou
10%	10% Fibras de vidro em matriz de silicone	Emissividade	Passou	Passou
12%	12% Fibras de vidro em matriz de silicone	Emissividade	Passou	Passou
14%	14% Fibras de vidro em matriz de silicone	Emissividade	Passou	Passou

FIGURA 2

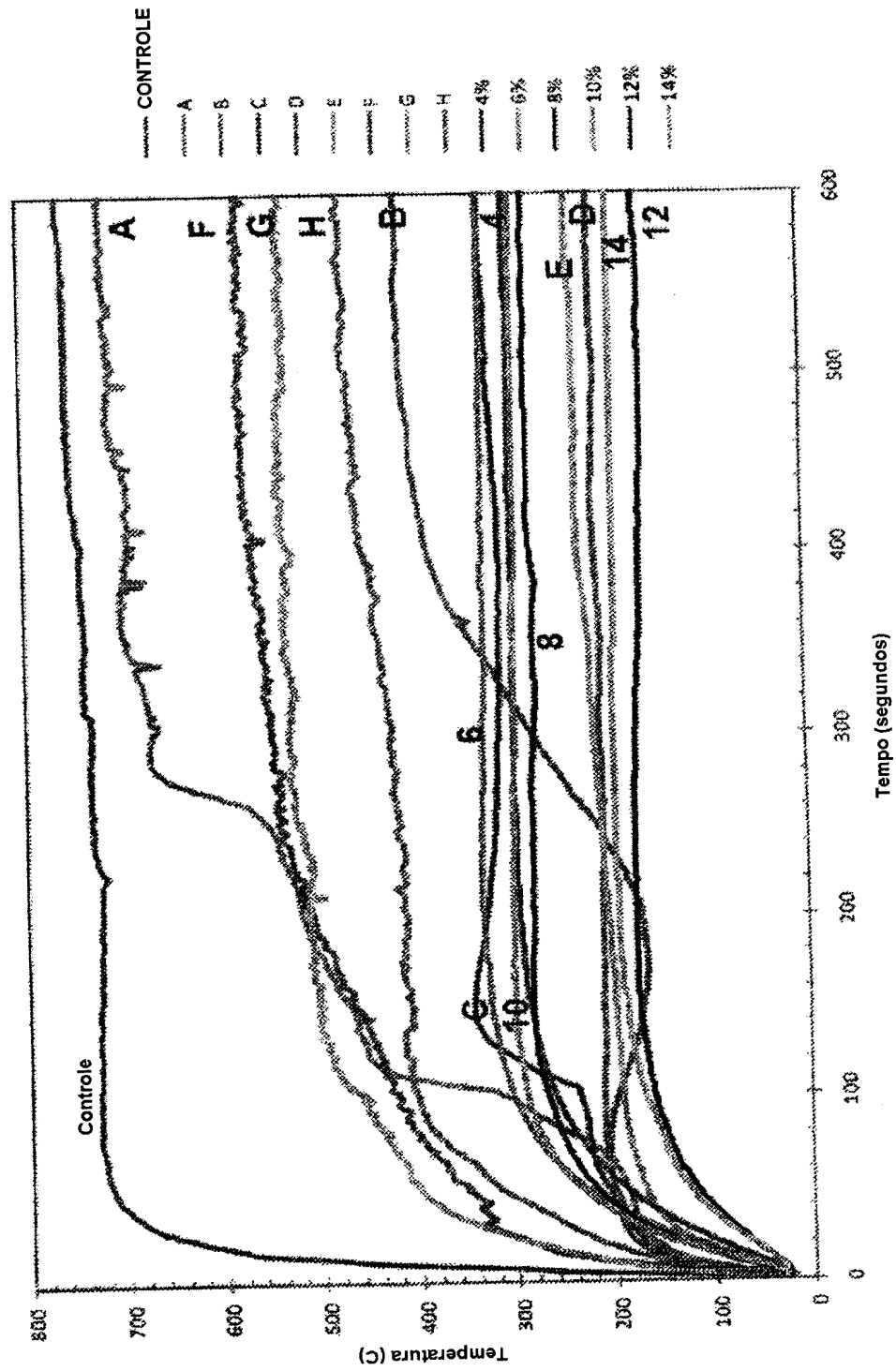
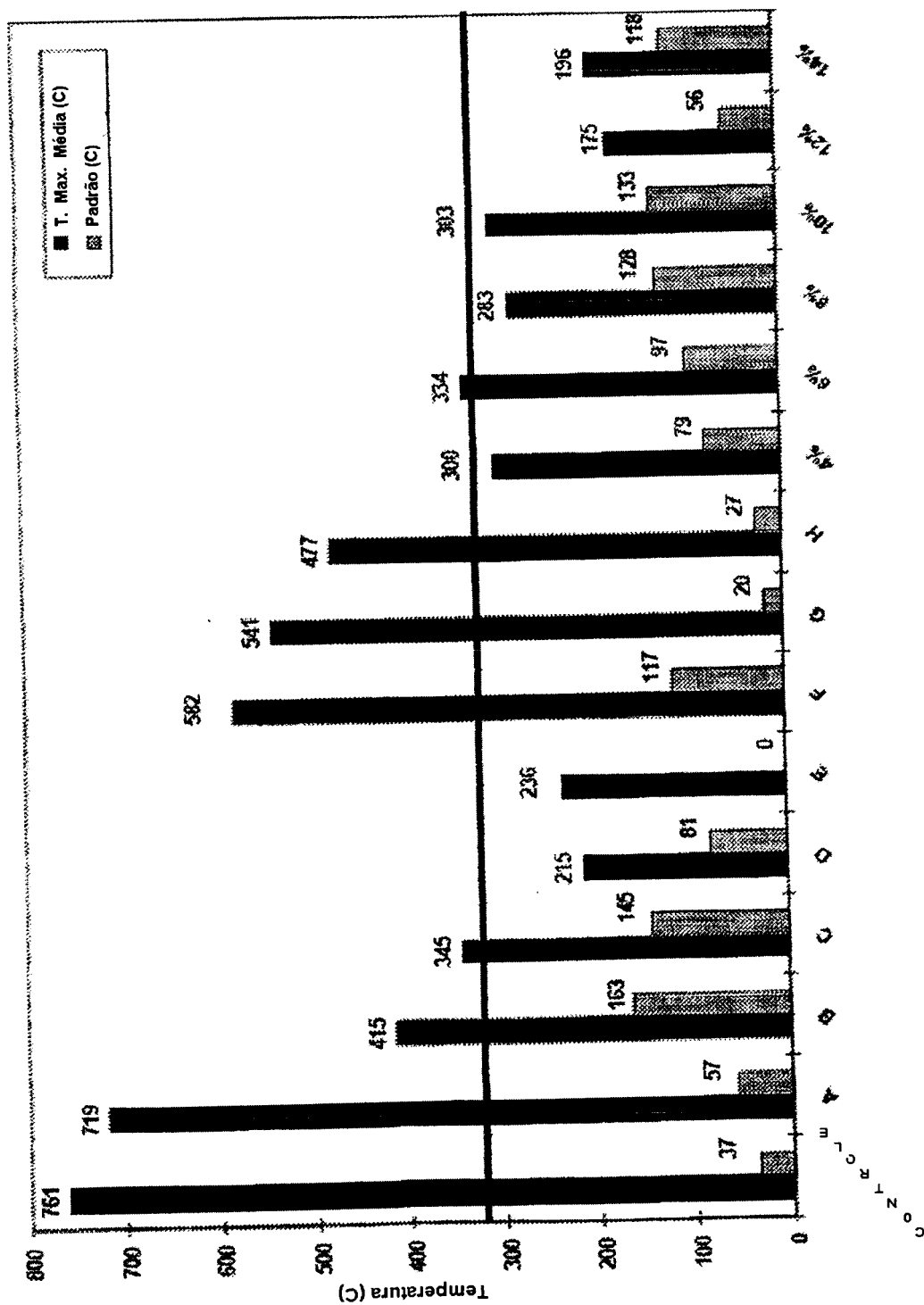


FIGURA 3



RESUMO

COMPOSIÇÕES E MÉTODOS PARA A PROTEÇÃO DE SUBSTRATOS CONTRA FLUXO DE CALOR E FOGO - Uma composição para revestimento protetor contra chama ou fluxo de calor, que inclui a dispersão de fibra de vidro em silicone. Também é apresentada uma lâmina protetora contra chama ou fluxo de calor, que inclui fibra de vidro e silicone na forma de uma lâmina, em que a fibra de vidro fica dispersa no silicone ou a fibra de vidro é um tecido recoberto com o silicone. São também apresentados artigos que incorporam o revestimento ou lâmina protetora contra chama ou fluxo de calor e métodos para se revestir um artigo com a composição para revestimento protetor contra chama ou fluxo de calor.