



US008518312B2

(12) **United States Patent**
Katz(10) **Patent No.:** US 8,518,312 B2
(45) **Date of Patent:** Aug. 27, 2013(54) **LIGHTWEIGHT, MULTI-LAYERED STRUCTURAL COMPOSITES USING RECYCLED LANDFILL-BOUND SCRAP**(76) Inventor: **Jean-Jacques Katz**, Novi, MI (US)

(*) Notice: Subject to any disclaimer, the term of this patent is extended or adjusted under 35 U.S.C. 154(b) by 0 days.

(21) Appl. No.: **13/608,253**(22) Filed: **Sep. 10, 2012**(65) **Prior Publication Data**

US 2013/0000826 A1 Jan. 3, 2013

Related U.S. Application Data

(63) Continuation-in-part of application No. 12/715,084, filed on Mar. 1, 2010, now Pat. No. 8,262,959.

(51) **Int. Cl.**
B27N 3/10 (2006.01)(52) **U.S. Cl.**
USPC 264/112; 264/113; 264/115(58) **Field of Classification Search**

None

See application file for complete search history.

(56)

References Cited**U.S. PATENT DOCUMENTS**

5,807,513 A	9/1998	Gebreselassie et al.
6,110,580 A	8/2000	Gebreselassie et al.
7,918,952 B1 *	4/2011	Young
8,262,959 B2 *	9/2012	Katz
2006/0127664 A1 *	6/2006	Geary et al.
2006/0144012 A1	7/2006	Manning et al.
2006/0251881 A1	11/2006	Gilder
2007/0066692 A1	3/2007	De Juan Saiz et al.
2012/0052760 A1 *	3/2012	Doyle et al.

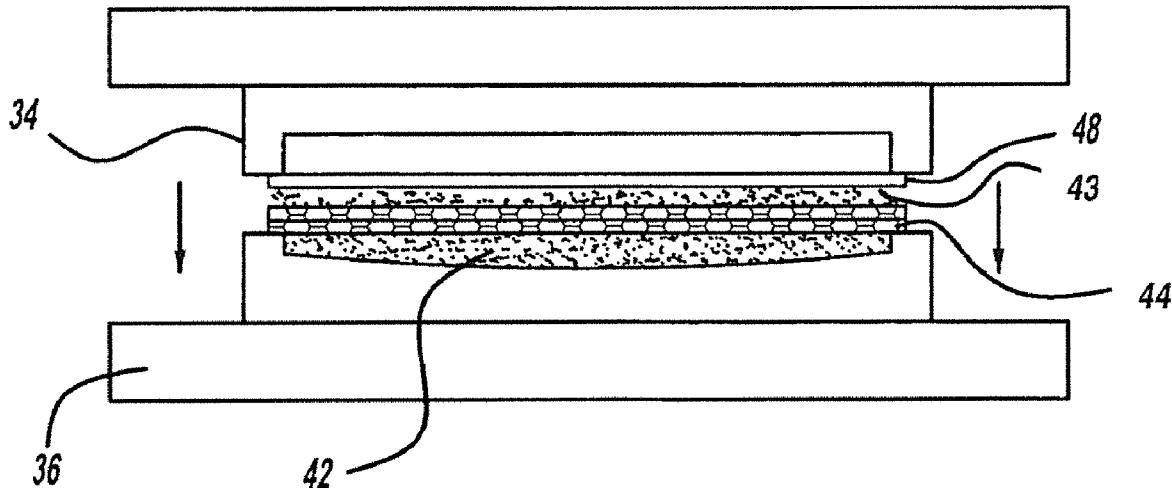
* cited by examiner

Primary Examiner — Mary F Theisen(74) *Attorney, Agent, or Firm* — Gifford, Krass, Sprinkle, Anderson & Citkowski, P.C.

(57)

ABSTRACT

A composite structure is based on a sandwich construction and a one-step molding process. The composite structure or component comprises a core layer having two outer layers on each side of the core layer. The outer layers may be composed of automotive interior trim scrap adhered with an isocyanate adhesive composition. Core layer and outer layers are thermally pressed in a single step or process to form the finished structural, multi-layer product. Decorative layers can be added as part of the one-step process. The resulting panels can be used in the manufacture of automotive, construction, furniture and other components.

16 Claims, 5 Drawing Sheets

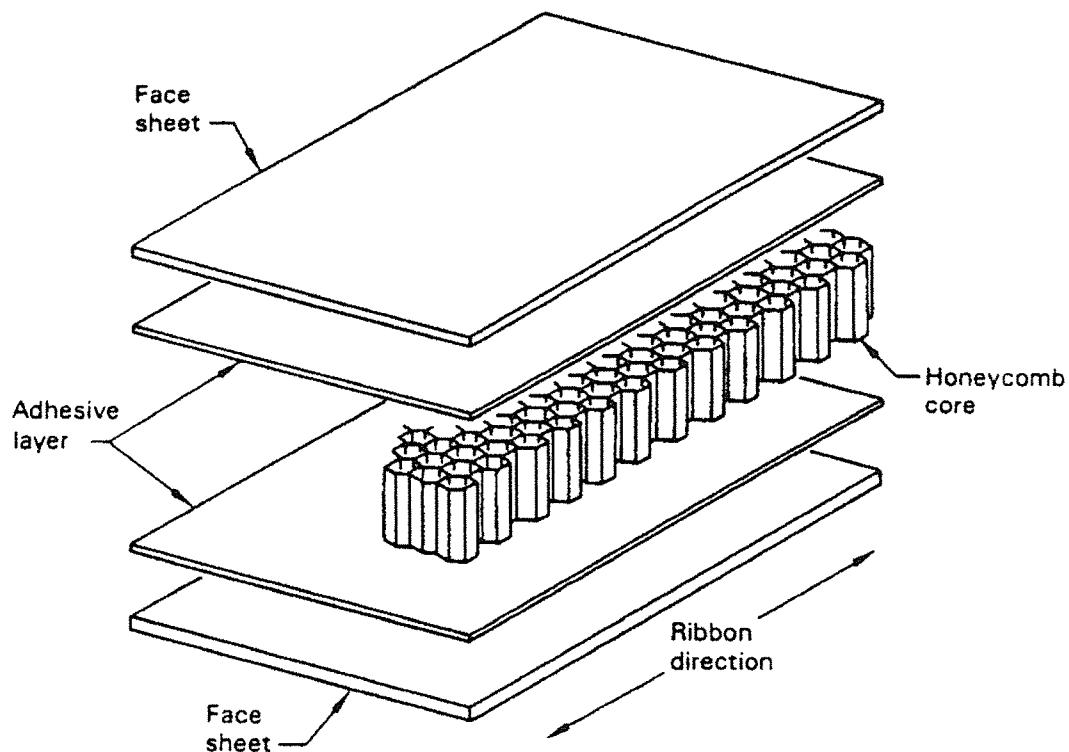


FIG. 1

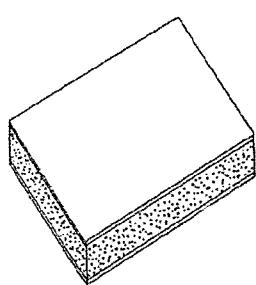


FIG. 2A

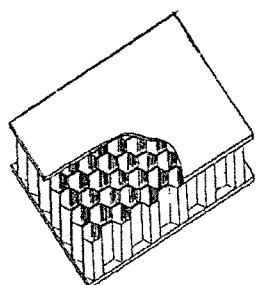


FIG. 2B

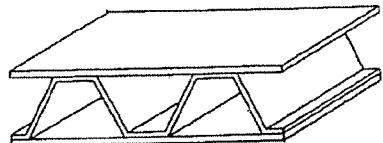


FIG. 2C

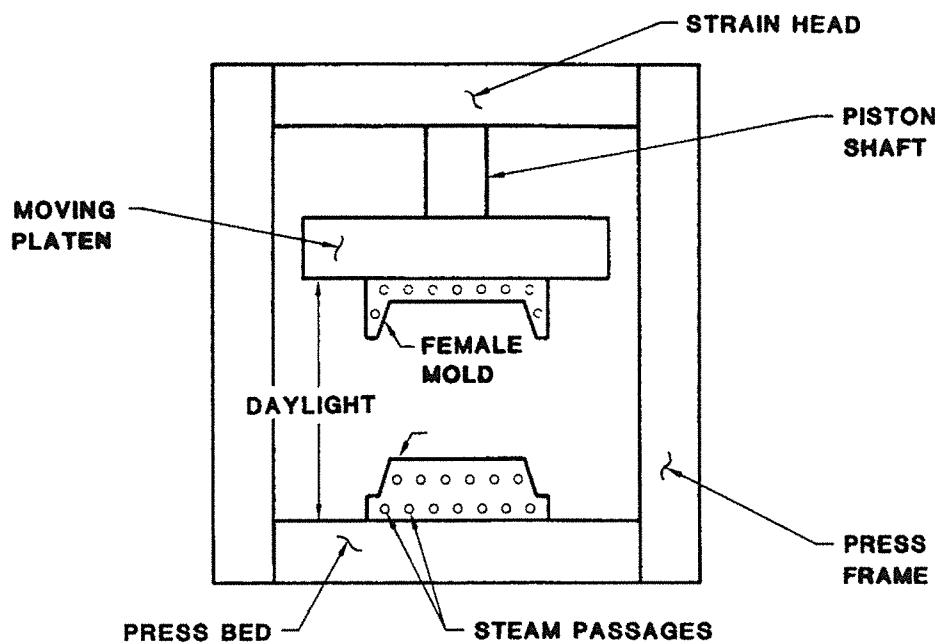
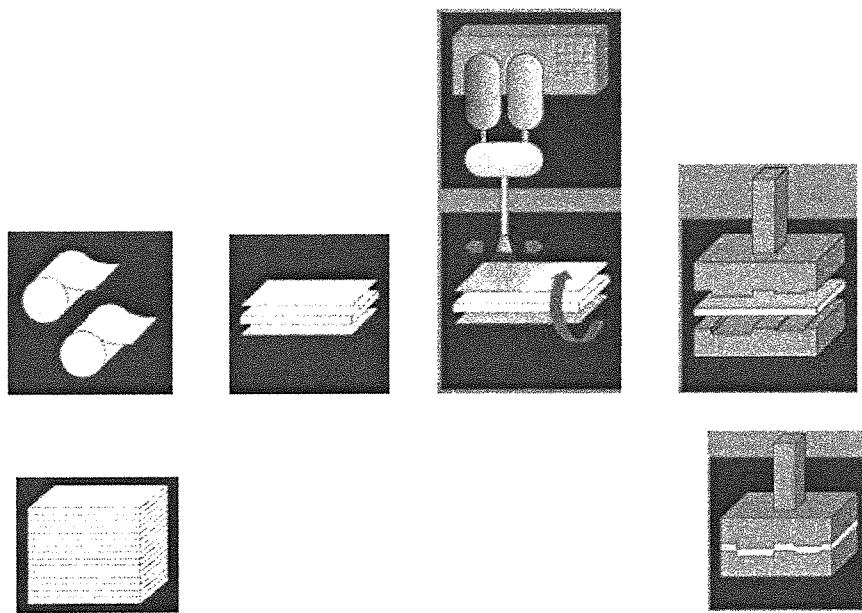


FIG. 3



Surface Mats
and Core

Packaging for
Processing

PU Spray/
Casting

Compression
Molding/Curing

FIG. 4

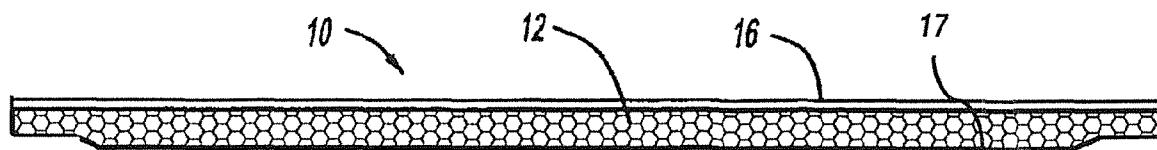


FIG. 5

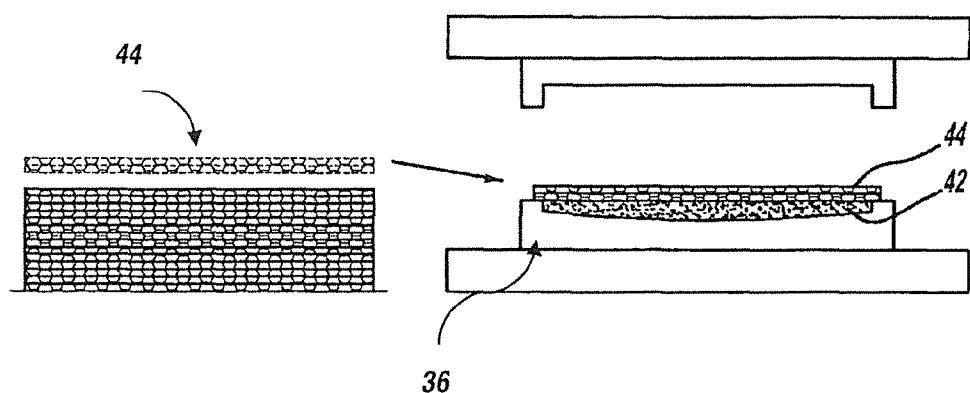


FIG. 6

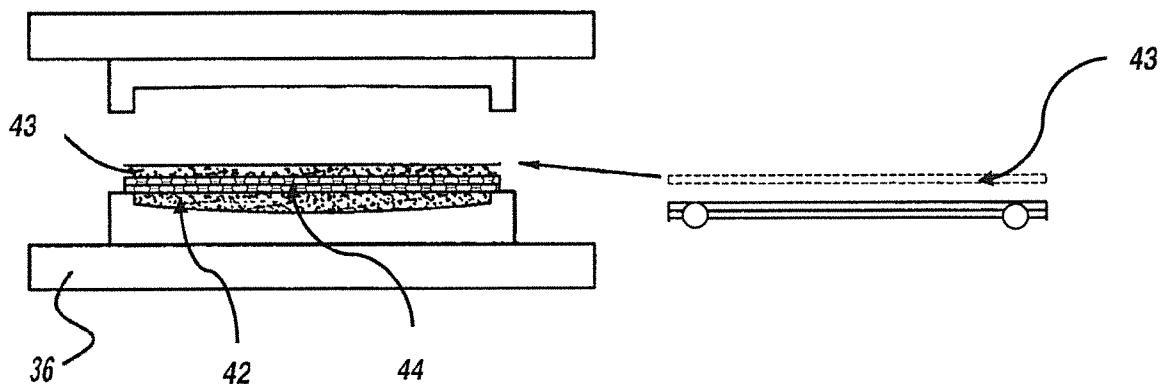


FIG. 7

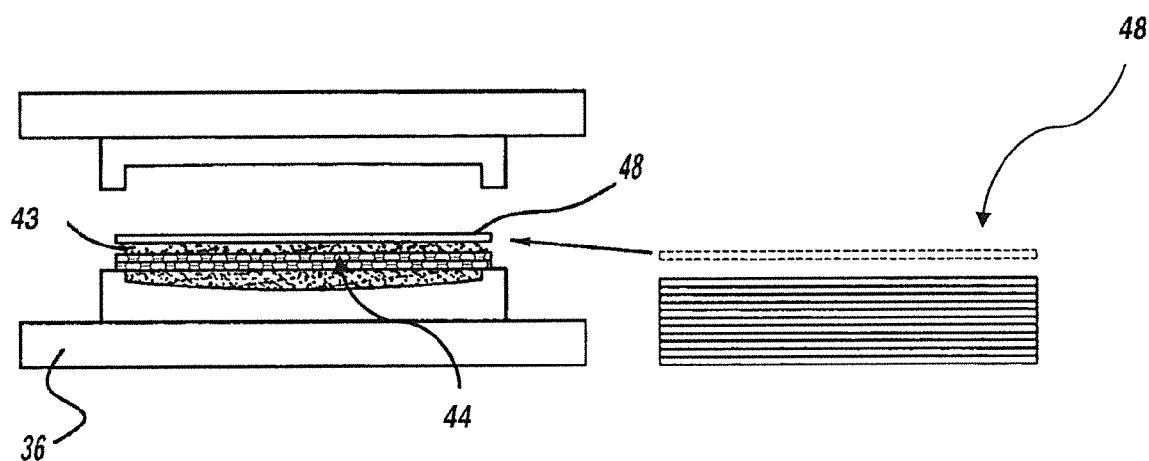


FIG. 8

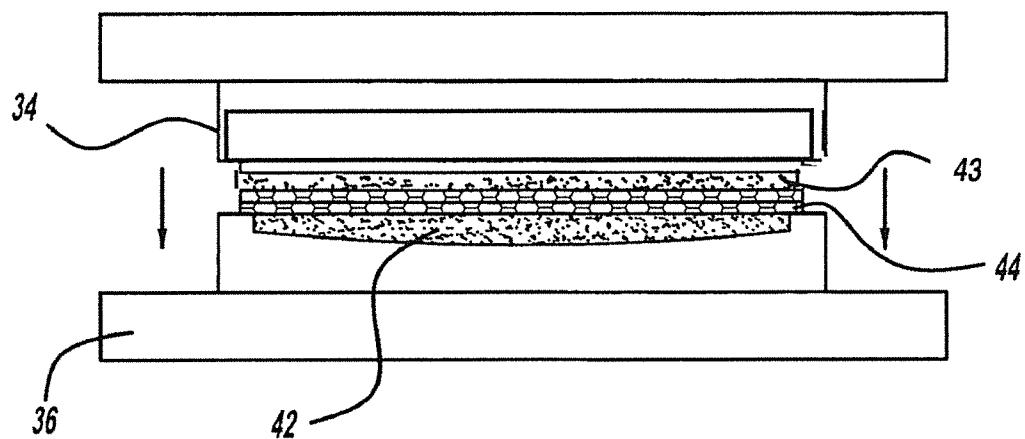


FIG. 9

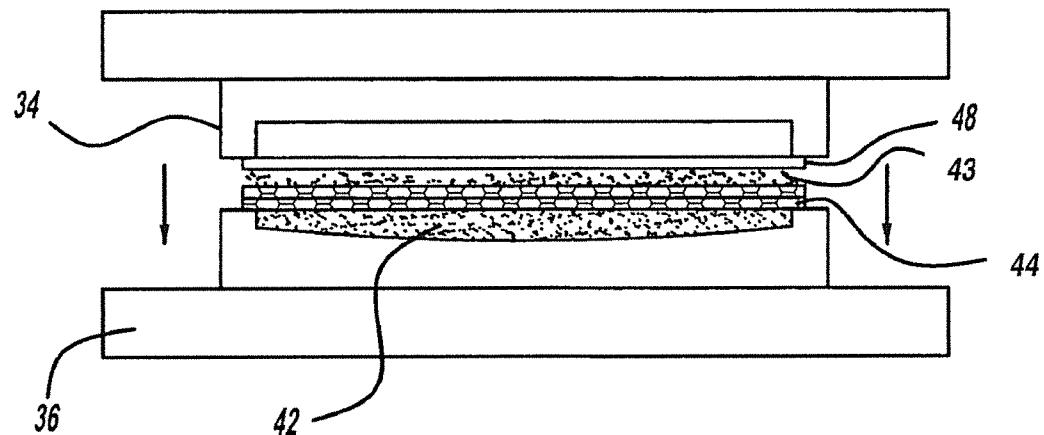


FIG. 10

1

**LIGHTWEIGHT, MULTI-LAYERED
STRUCTURAL COMPOSITES USING
RECYCLED LANDFILL-BOUND SCRAP**

REFERENCE TO RELATED APPLICATION

This application is a continuation-in-part of U.S. patent application Ser. No. 12/715,084, filed Mar. 1, 2010, the entire content of which is incorporated herein by reference.

FIELD OF THE INVENTION

This invention relates generally to the use of recycled scrap materials and, in particular, to the production of molded, multi-layered structural panels using such materials.

BACKGROUND OF THE INVENTION

The advent of prepreg technology for high-performance aerospace, railway, energy, marine, sports and leisure applications has resulted in the pioneering use of multi-layered composites, or sandwiches, for structural applications.

A prepreg consists of a combination of a matrix (resin) and fiber reinforcement in the form of woven or non-woven mats. Fiber reinforcement is available in unidirectional form (one direction of reinforcement) or in fabric form (several directions of reinforcement). The role of the matrix is to support the fibers and bond them together in the composite material. In order to give the finished composite environmental and temperature resistance, matrix resins are in their overwhelming majority thermoset materials.

Depending upon final temperature exposure and desired mechanical properties, the resin is selected from three different polymer classes: phenolic, epoxy and bismaleimide/polyimide. Recent developments, however, have demonstrated that unsaturated polyester resins, which are easier to handle than epoxy resins, can be also used for prepreg manufacturing.

Wetted fibers, through the application of the matrix resin, become stronger and stiffer; as a result, they support most of the applied loads. Unidirectional composites have mechanical properties in one direction (anisotropic); on the other hand metals are isotropic, i.e. have equal properties in all directions.

Prepreg sandwich constructions (FIG. 1) are the most prevalent composites in use today. Such constructions consist of thin, high strength skins (or outer layers) bonded through the optional use of an adhesive film layer to a thicker, light weight core material that can be balsa wood, foam or a circular or polygonal-hollowed construction, generally a honeycomb having an hexagonal shape (FIG. 2).

Performance characteristics of this type of construction are:

Tensile and compression stresses are supported by the skins,

The skins are stable across their whole length,
Shearing stress is supported by the core (honeycomb),
Rigidity is available in several directions, and
Excellent weight savings.

Prepreg sandwiches can be manufactured by complex and costly processes such as autoclaving or vacuum bag molding. However, press or compression molding has also been used (FIG. 3) and has become more prevalent.

In summary, prepreg technology is a complex and costly process whose use is justified by the demanding and highly critical technical requirements of targeted aerospace applica-

2

tions. Its benefits are lower weights than those available with previously-used metallic constructions, greater strength and higher stiffness.

More recently, technical advances in the field of polyurethane chemistry and processing have made the prepreg sandwich concept and its production more affordable and easier to implement. This has resulted in molded polyurethane articles, such as polyurethane foams and polyurethane composites that are now extensively used by the automotive, construction and furniture industries. Such articles are generally available in the form of sandwich, or multi-layered, constructions, that produce high strength, structural parts.

The leading polyurethane technology, marketed under the trade name Baypre® F (Bayer AG, Germany), is described in U.S. Pat. No. 6,156,811 (hereafter referred to as the '811 patent) and U.S. Pat. No. 7,419,713 B2 (hereafter referred to as the '713 patent).

This approach relies on a multi-step process whereby a composite component is created by producing a sandwich structure made of at least one core layer located between at least two outer layers. The steps described in the '713 patent are the following (FIG. 4):

(i) Insert the core and the outer layers into a compression mold, the core being located between the outer layers. The core is a honeycomb structure and the outer layers are glass fiber or natural fiber mats.

(ii) Apply a polyurethane resin either by a casting or a spraying operation on one or both outer layers. Steps (i) and (ii) can be performed in any order.

(iii) Compression mold under high heat the core with the outer layers to cure the resin and form the sandwich structure.

(iv) Optionally attach decorative layers on top of the top outer layer and or below the bottom outer layer only after steps (i) to (iii) are completed.

The present invention improves on the above process by sequentially placing bottom outer layer, core layer, and top outer layer in the compression mold and allowing the finished part or component to be manufactured in a single press mold, using a single step or molding process, without the additional step of applying a polyurethane resin. Optional bottom decorative layers and top decorative layers can be added as part of the process, if desired.

The present invention therefore presents two key benefits over the prior art, by providing a single step process to produce a finished component, including the optional addition of decorative layers, in a single mold, and the elimination of resin application to the outer layers which results in less expensive and lighter weight panels.

SUMMARY OF THE INVENTION

This invention is concerned with molded, multi-layered articles prepared from recycled material such as automotive interior trim scrap, and the use of such articles in the automotive, construction and furniture industries. In the preferred embodiment, multi-layer, finished components or parts are formed in a single process involving two outer layers positioned on each side of a core layer. Decorative layers can be optionally positioned on top of the top outer layer and, or, below the bottom outer layer. The core layer can have a corrugated structure, a honeycomb structure, a solid structure, or a partially voided structure created by the presence of circular or other "tubes" arranged in a parallel fashion.

The two outer layers are preferably obtained by shredding automotive interior trim scrap or components into a fluff, and adding an isocyanate adhesive composition, as described in U.S. patent application Ser. No. 12/715,084, incorporated

herein by reference. A press mold having top and bottom platens may be used in manufacture. The process includes depositing on the bottom of the mold the fluff mixed with the adhesive composition (bottom outer layer). The core layer is then placed on top of the bottom outer layer; a second layer of fluff mixed with the adhesive composition (top outer layer) is deposited on top of the core layer. In the preferred embodiments, the core layer and outer layers are neither chemically nor mechanically bound, but are instead placed in contact within the forming mold.

An advantage of the invention over prior art processes is the ability to apply on either or both sides of the sandwich comprising the fluff and adhesive placed on both sides of the honeycomb core in the compression mold, a decorative coverstock or textile or other polymeric film, sheet or scrim, without additional adhesive, to produce a trim panel with decorative coverstock or other polymeric film, sheet or scrim adhered either on one side or both sides of the panel.

The decorative coverstock or other polymeric film, sheet or scrim can be dispensed onto the panel as discrete films, sheets, scrims or as continuous rolls. The final step involves the thermal compression molding of the involved layers for a specified amount of time to produce the finished composite. Using a single, compression molding process and a single piece of equipment, a lightweight finished article is produced that is strong, rigid and stiff without the need for cast or spray resin compositions or the use of reinforcing fiber mats, as dictated by the prior art.

Articles produced in accordance with the invention exhibit structural performances at lower weight and cost than components fabricated using prior art methods. Moreover, existing methods require multiple steps and multiple layers to form the desired sandwich structure, followed by attaching one or more optional decorative layers through an additional, subsequent step.

The finished articles may be directed to any structural application in the automotive, construction, furniture, marine, railway, energy, leisure and sports industries. In the automotive industry, for example, finished articles and parts may include, without limitation, headliners, sun shades, moon roofs, package trays, spare tire covers, load floors, rocker panels and other structural parts such as wall panels. In the construction industry, finished goods may be used as sound-insulating and thermal-insulating panels. The invention is not limited in terms of end use.

BRIEF DESCRIPTION OF THE DRAWINGS

FIG. 1 illustrates a honeycomb construction used in prepreg structures;

FIGS. 2A-2C shows the types of honeycomb cores used in honeycomb constructions;

FIG. 3 depicts a prepreg compression molding process;
FIG. 4 shows the Baypreg® F Molding Process;

FIG. 5 illustrates a cross-sectional plan view of a finished product manufactured in accordance with the invention;

FIG. 6 is the innovative process to form the finished product;

FIG. 7 is the innovative process to form the finished product;

FIG. 8 is the innovative process to form the finished product including a top decorative layer;

FIG. 9 is the innovative process to form the finished product; and

FIG. 10 is the innovative process to form the finished product including a top decorative layer.

DETAILED DESCRIPTION OF THE INVENTION

FIG. 5 is a cross-sectional plan view of a finished product manufactured in accordance with the invention. The lightweight composite structure 10 is produced using a one-step molding process described herein below and depicted in FIGS. 6-10. FIG. 6 shows the loading of core layer 44, as a discrete sheet, on top of bottom outer layer 42 which had previously been placed on bottom of tool 36. As represented in FIG. 2A, core layer 44 can incorporate foam, including but not limited to polyurethane foam, preferably rebounded rigid polyurethane foam produced as described in patent application Ser. No. 12/715,084.

The foam core can have a solid structure, or have a partially hollowed space created by the presence of a plurality of tube members arranged parallel to each other and transverse or perpendicular to the planes of the outer layers. Such tubes may be circular or may have a polygonal structure, preferably a honeycomb-like structure, thereby creating open spaces between the outer layers 42 and 43 to produce a rigid and self-supporting core layer 44. FIG. 5 shows a molded core layer 12 having a honeycomb geometry between two molded outer layers 16. Panel thickness ranges from 5 mm to 30 mm. In addition to other core geometries, other panel thicknesses are possible.

Making reference to FIG. 2B, the core structure, whether honeycomb or not, may be constructed from paper or cardboard, resin-impregnated paper or cardboard, metal, including but not limited to aluminum, magnesium, titanium, and alloys thereof, plastic material, including but not limited to polyester, polyurethane, polyamides, polycarbonates, polystyrenes, acrylonitrile butadiene styrene (ABS), and mixtures thereof, and aramid polymers, including but not limited to Nomex and Kevlar. Alternatively, as shown in FIG. 2C, the core layer may be corrugated paper or cardboard or corrugated resin-impregnated paper or cardboard.

Resin impregnation of the paper or cardboard or corrugated structures enhances strength and helps resist moisture and fungus, said resin being selected from phenolic resins. Resin content can be varied to match the application and desired physical properties of the molded sandwich; resin content generally ranges from 5% to 30% by weight, preferably 10 to 25%.

Core layer 44 thickness, prior to molding, is in the range of 2 mm to 50 mm, preferably 5 mm to 30 mm. Core layer 44 volumetric density, prior to molding, ranges from 16 to 160 kg/m³, preferably 18 kg/m³ to 96 kg/m³.

A honeycomb or corrugated core layer 44 is further characterized by its cell size, defined as the width of the honeycomb or corrugated repeat unit. Core layers used in this invention have cell sizes selected from the group consisting of 6.35 mm (1/4 in), 9.53 mm (3/8 in), 12.7 mm (1/2 in), 15.88 mm (5/8 in), 19.05 mm (3/4 in), 23.81 mm (15/16 in), and 25.4 mm (1.0 in).

The preferred composition of the outer layers 42 and 43 has been previously described in parent application Ser. No. 12/715,084. Landfill-bound scrap material, also referred to as fluff, is obtained by shredding automotive interior trim scrap or components into smaller particles. Such automotive interior trim scrap or components may include the following polymers or a combination of the following polymers and fillers including, but not limited to: flexible, semi-rigid and rigid polyurethane foam, nylon, polyester, filled EVA (ethylene vinyl acetate), polypropylene, glass fibers, cotton and in

some cases other natural fibers, such as flax, kanaf, hemp, jute, sisal, wheat straw, coconut husk, and bamboo among others. The composition of the outer layers 42 and 43 does not require the presence of any type of polyurethane foams, but can accommodate these polymers, if present.

The fluff is then blended with an isocyanate adhesive composition that comprises a curable non-aqueous polyisocyanate or curable non-aqueous isocyanate prepolymer. The isocyanate prepolymer can be prepared using an isocyanate component, illustratively including a diisocyanate component and/or a polyisocyanate component. As defined, the terminology polyisocyanate is to be construed as including prepolymers and free polyisocyanates. The isocyanate component generally provides reactive groups, i.e., NCO groups, during subsequent reactions. The isocyanate component may be selected from the group of toluene diisocyanate (TDI), methylene diphenyl diisocyanate (MDI), including dimers, trimers, and higher oligomers thereof. A combination of TDI and MDI may also be used, the TDI may be present in the isocyanate component in an amount of from 65 to 80 parts by weight based on 100 parts by weight of the isocyanate component.

In the case of the isocyanate prepolymer, the isocyanate component is reacted with an isocyanate-reactive component to form a prepolymer. The isocyanate-reactive component generally provides hydroxyl groups for reaction with the NCO groups of the isocyanate component. More specifically, the isocyanate-reactive component may include a polyol. The isocyanate-reactive component may also include at least two polyols. Any known polyol suitable for reaction with the isocyanate component is suitable for purposes of the present invention. For example, the isocyanate-reactive component may be selected from the group of polyether polyols, polyoxyalkylene polyols, polyester polyols, graft polyols, polymer polyols, polyols derived from renewable resources, such as, but not limited to, soy polyols, castor oil polyols, canola oil polyols, rapeseed oil polyols, palm oil polyols, and combinations thereof. Examples of suitable polymer polyols include, but are not limited to, polyol dispersions of styrene/acrylonitrile particles (SAN) and polymer-modified polyols such as polyisocyanate polyaddition (PIPA) polyols and poly Harnstoff dispersion (PHD) polyols.

When the adhesive composition is blended with the fluff, moisture cure of the adhesive composition under heat and pressure yields a molded panel. However, the composition of top and bottom outer layers 42 and 43, positioned on either side of the core layer can be the same or different. Furthermore, top and bottom outer layers 42 and 43 can have the same thickness and surface density, the same thickness and different surface densities, or different thicknesses and the same surface density.

Outer layer 42 and 43 thickness generally ranges from 0.1 mm to 12 mm, preferably 0.5 mm to 10 mm. Surface density, defined as the weight per unit area of outer layers 42 and 43, generally ranges from 200 g/m² to 2000 g/m², preferably 500 g/m² to 1850 g/m². Prior to the compression molding process of this invention, the outer layers 42 and 43 are not connected to the core 44 by way of adhesive or other mechanical devices; they are merely placed in contact with each other for final product formation. Surface density, or weight per unit area of the molded sandwich structure 10 (without optional decorative layer 48), generally ranges from 1200 g/m² to 2500 g/m², preferably 1500 g/m² to 2050 g/m².

There can be one optional decorative layer 48 on top of outer the top layer 43, one optional decorative layer 48 on the surface of the mold 36 and below the core layer 44, two optional decorative layers 48—one on top of the outer top

layer 43, the other on the surface of the mold 36—or no decorative layers. The optional decorative layers 48 positioned on top of the top outer layer 43 and below the bottom outer layer 42 can be the same or different. The optional decorative layer 48 (FIG. 8) includes, but is not limited to, woven and non-woven carpet, woven and non-woven fabrics, felts, knitted fabrics, braided fabrics, leather, polyurethane, glass, polymers, films, laminates, sheets and scrims, said decorative layers can be with or without adhesive coatings or backings.

The finished article is produced when the outer layers 42 and 43 and the core layer 44 are attached under heat and pressure in the mold. The isocyanate adhesive composition contained in the outer layers 42 and 43 has a double role: after heat and pressure have been applied during the molding process, the moisture-cure adhesive cures the fluff in the outer layers 42 and 43 and the core layer 44, yielding molded article 10 comprising molded outer layers 16 and 17 and molded core layer 12 (FIG. 5).

The innovative process is described in detail in FIGS. 6-10. FIG. 6 shows the loading of the honeycomb core layer 44 from a stack of honeycomb sheets or layers onto the top of the bottom outer layer 42 which had already been placed on the bottom press platen or bottom surface of the compression mold 36. In FIG. 7, the top outer layer 43 is transported as a mat on a belt then transferred to the compression mold where it is placed on top of the core honeycomb layer 44. The process for laying the bottom outer layer 42 in the bottom of the compression mold 36 in FIG. 6 is identical to the one just described for the top outer layer 43 in FIG. 7.

FIG. 8 illustrates the optional presence of a decorative layer or coverstock 48 which is placed on top of the top outer layer 43 before the press operation. The outer layer 43 is not connected to the decorative layer 48 by way of adhesive or other mechanical devices; decorative layer 48 and outer layer 43 are merely placed in contact with each other in the molding equipment. Decorative layer 48 can also be placed in the bottom of the tool 36. In the FIG. 8 representation, the decorative layer 48 is dispensed as a discrete sheet, layer, film or scrim; it can also be dispensed from continuous rolls.

FIG. 9 shows a representative press set-up for molding the innovative structural component 10 from its constituent layers, bottom outer layer 42, core honeycomb layer 44 and top outer layer 43. The press has a top platen 34 and bottom platen 36. Once all layers have been placed in the tool as described in FIGS. 6-8, pressing and heat curing take place by bringing top platen 34 and bottom platen 36 together to close the mold at temperatures ranging from 130° C. to 200° C., preferably between 160° C. and 190° C. Molding times during which the press remains closed generally range from 30 seconds and 10 minutes, preferably between 1 minute and 5 minutes.

FIG. 10 shows a molded process similar to the one of FIG. 9, with the additional presence of a decorative layer 48 positioned on top of the top outer layer 43, as described in FIG. 8.

Example 1

60 Waste rigid polyurethane foam laminated to plastic film obtained from an automotive headliner manufacturing process is shredded into a fluff and an isocyanate adhesive composition (14.3% by weight) is added to said fluff, as described in U.S. patent application Ser. No. 12/715,084. Fluff blended with the adhesive composition (30 g) is placed on the bottom of a 203 mm×203 mm (8 in×8 in) mold and forms the bottom outer layer of the sandwich.

A 203 mm×203 mm×9.53 mm (8 in×8 in× $\frac{3}{8}$ in) corrugated cardboard honeycomb weighing 16 g and having a cell size of 9.53 mm ($\frac{3}{8}$ in.), forms the core layer of the sandwich. This corrugated material, commercially available from Tricel Honeycomb Corp., is placed on top of the 30 g of aforementioned fluff blended with the adhesive composition; finally fluff blended with the adhesive composition (30 g) is placed on the top of the core layer and the entire sandwich is compressed to a nominal 12.7 mm (0.5 in) total thickness.

Compression sufficient to maintain the nominal 12.7 mm final thickness is applied using a Carver press. The sample was left in the press for 3 minutes at a temperature of 180° C. (355° F.). After trimming, the produced composite was 11.68 mm (0.46 in) thick, weighted 70 g and had a surface density of 1,695 g/m² (158.6 g/ft²). It was stiff and could not be bent without a substantial effort.

Example 2

Waste rigid polyurethane foam laminated to plastic film obtained from an automotive headliner manufacturing process is shredded into a fluff and an isocyanate adhesive composition (14.3% by weight) is added to said fluff, as described in U.S. patent application Ser. No. 12/715,084. Fluff blended with the adhesive composition (30 g) is placed on the bottom of a 203 mm×203 mm (8 in×8 in) mold and forms the bottom outer layer of the sandwich.

A 203 mm×203 mm×9.53 mm (8 in×8 in× $\frac{3}{8}$ in) corrugated cardboard honeycomb weighing 18 g and having a cell size of 6.35 mm ($\frac{1}{4}$ in.), forms the core layer of the sandwich. This corrugated material, commercially available from Tricel Honeycomb Corp., is placed on top of the 30 g of aforementioned fluff blended with the adhesive composition; finally fluff blended with the adhesive composition (30 g) is placed on the top of the core layer and the entire sandwich is compressed to a nominal 12.7 mm (0.5 in) total thickness.

Compression sufficient to maintain the nominal 12.7 mm final thickness is applied using a Carver press. The sample was left in the press for 3 minutes at a temperature of 180° C. (355° F.). After trimming, the produced composite was 12.70 mm (0.50 in) thick, weighted 72 g and had a surface density of 1,745 g/m² (162 g/ft²). It was stiffer than Sample 1 and could not be bent without a substantial effort.

Example 3

Waste rigid polyurethane foam laminated to plastic film obtained from an automotive headliner manufacturing process is shredded into a fluff and an isocyanate adhesive composition (14.3% by weight) is added to said fluff, as described in U.S. patent application Ser. No. 12/715,084. A 203 mm×203 mm (8 in×8 in) sheet of 50 g/m² polyester scrim having a light adhesive backing and weighing 2 g, was placed on the bottom of a 203 mm×203 mm (8 in×8 in) mold, comprising the optional bottom decorative layer. Fluff blended with the adhesive composition (30 g) was placed on the bottom of a 203 mm×203 mm (8 in×8 in) mold and forms the bottom outer layer of the sandwich.

A 203 mm×203 mm×9.53 mm (8 in×8 in× $\frac{3}{8}$ in) corrugated cardboard honeycomb weighing 18 g and having a cell size of 6.35 mm ($\frac{1}{4}$ in.), forms the core layer of the sandwich. This corrugated material, commercially available from Tricel Honeycomb Corp., is placed on top of the 30 g of aforementioned fluff blended with the adhesive composition; fluff blended with the adhesive composition (30 g) which com-

prises the top outer layer is placed on the top of the core layer and the entire sandwich is compressed to a nominal 12.7 mm (0.5 in) total thickness.

Finally, a 203 mm×203 mm (8 in×8 in) sheet of 50 g/m² polyester scrim having a light adhesive backing and weighing 2 g, comprising the optional top decorative layer, was placed on the top of top outer layer. Compression sufficient to maintain the nominal 12.7 mm final thickness is applied using a Carver press. The sample was left in the press for 3 minutes at a temperature of 180° C. (355° F.). After trimming, the produced composite was 13.72 mm (0.54 in) thick, weighted a total of 82 g and had a surface density of 1,985 g/m² (184.5 g/ft²). It was much stiffer than Sample 2 and could not be bent without a substantial effort.

Example 4

Waste rigid polyurethane foam laminated to plastic film obtained from an automotive headliner manufacturing process is shredded into a fluff and an isocyanate adhesive composition (14.3% by weight) is added to said fluff, as described in U.S. patent application Ser. No. 12/715,084. A 203 mm×203 mm (8 in×8 in) sheet of 50 g/m² polyester scrim having a light adhesive backing and weighing 2 g, was placed on the bottom of a 203 mm×203 mm (8 in×8 in) mold, comprising the optional bottom decorative layer. Fluff blended with the adhesive composition (28 g) was placed on the bottom of a 203 mm×203 mm (8 in×8 in) mold and forms the bottom outer layer of the sandwich.

A 203 mm×203 mm×9.53 mm (8 in×8 in× $\frac{3}{8}$ in) phenolic impregnated (15% content) corrugated cardboard honeycomb weighing 20 g and having a cell size of 6.35 mm ($\frac{1}{4}$ in.), forms the core layer of the sandwich. This corrugated material, commercially available from Tricel Honeycomb Corp., is placed on top of the 28 g of aforementioned fluff blended with the adhesive composition; fluff blended with the adhesive composition (28 g) which comprises the top outer layer is placed on the top of the core layer. Finally, a 203 mm×203 mm (8 in×8 in) sheet of 50 g/m² polyester scrim having a light adhesive backing and weighing 2 g, comprising the optional top decorative layer, was placed on top of top outer layer.

Compression sufficient to maintain a nominal 12.7 mm final thickness is applied using a Carver press. The sample was left in the press for 3 minutes at a temperature of 180° C. (355° F.). After trimming, the produced composite was 13.72 mm (0.54 in) thick, weighted a total of 74 g and had a surface density of 1,790 g/m² (166.5 g/ft²). It was much stiffer than Sample 3 and could not be bent without a substantial effort.

Example 5

Waste rigid polyurethane foam laminated to plastic film obtained from an automotive headliner manufacturing process is shredded into a fluff and an isocyanate adhesive composition (14.3% by weight) is added to said fluff, as described in U.S. patent application Ser. No. 12/715,084. Fluff blended with the adhesive composition (28 g) is placed on the bottom of a 203 mm×203 mm (8 in×8 in) mold and forms the bottom outer layer of the sandwich.

A 203 mm×203 mm×15.88 mm (8 in×8 in× $\frac{5}{8}$ in) corrugated cardboard honeycomb weighing 16 g and having a cell size of 15.88 mm ($\frac{5}{8}$ in), forms the core layer of the sandwich. This honeycomb material, commercially available from Cortek, Inc., is placed on top of the 28 g of aforementioned fluff blended with the adhesive composition; finally fluff blended with the adhesive composition (32 g) is placed on the top of

US 8,518,312 B2

9

the core layer and the entire sandwich is compressed to a nominal 12.7 mm (0.5 in) total thickness.

Compression sufficient to maintain the nominal 12.7 mm final thickness is applied using a Carver press. The sample was left in the press for 3 minutes at a temperature of 180° C. (355° F.). After trimming, the produced composite was 11.43 mm (0.45 in) thick, weighted 68 g and had a surface density of 1,647 g/m² (153 g/ft²). It was not as stiff as Sample 1 and could be slightly bent with a less than substantial effort.

Example 6

Waste rigid polyurethane foam laminated to plastic film obtained from an automotive headliner manufacturing process is shredded into a fluff and an isocyanate adhesive composition (14.3% by weight) is added to said fluff, as described in U.S. patent application Ser. No. 12/715,084. A 203 mm×203 mm (8 in×8 in) sheet of 50 g/m² polyester scrim having a light adhesive backing and weighing 2 g, was placed on the bottom of a 203 mm×203 mm (8 in×8 in) mold, comprising the optional bottom decorative layer. Fluff blended with the adhesive composition (28 g) was placed on the bottom of the 203 mm×203 mm (8 in×8 in) mold and forms the bottom outer layer of the sandwich.

A 203 mm×203 mm×15.88 mm (8 in×8 in×5/8 in) cardboard honeycomb weighing 16 g and having a cell size of 15.88 mm (5/8 in), forms the core layer of the sandwich. This corrugated material, commercially available from Cortek, Inc., is placed on top of the 28 g of aforementioned fluff blended with the adhesive composition; fluff blended with the adhesive composition (32 g) which comprises the top outer layer is placed on the top of the core.

Finally, a 203 mm×203 mm (8 in×8 in) sheet of 50 g/m² polyester scrim having a light adhesive backing and weighing 2 g, comprising the optional top decorative layer, was placed on the top of top outer layer. Compression sufficient to maintain the nominal 12.7 mm final thickness is applied using a Carver press. The sample was left in the press for 3 minutes at a temperature of 180° C. (355° F.). After trimming, the produced composite was 13.72 mm (0.54 in) thick, weighted a total of 74 g and had a surface density of 1,790 g/m² (166.5 g/ft²). It was substantially less stiff than Sample 3 and could be bent with some effort.

Example 7

Waste headliner material obtained from an automotive headliner manufacturing process is shredded into a fluff and an isocyanate adhesive composition (17.5% by weight) is added to said fluff, as described in U.S. patent application Ser. No. 12/715,084. Fluff blended with the adhesive composition (35 g) is placed on the bottom of a 203 mm×203 mm (8 in×8 in) mold and forms the bottom outer layer of the sandwich.

A 203 mm×203 mm×9.53 mm (8 in×8 in×5/8 in) corrugated cardboard honeycomb weighing 16 g and having a cell size of 6.35 mm (1/4 in.), forms the core layer of the sandwich. This corrugated material, commercially available from Tricel Honeycomb Corp., is placed on top of the 35 g of aforementioned fluff blended with the adhesive composition; finally fluff blended with the adhesive composition (35 g) is placed on the top of the core layer and the entire sandwich is compressed to a nominal 12.7 mm (0.5 in) total thickness.

Compression sufficient to maintain the nominal 12.7 mm final thickness is applied using a Carver press. The sample was left in the press for 3 minutes at a temperature of 180° C. (355° F.). After trimming, the produced composite was 11.56 mm (0.455 in) thick, weighted 76 g and had a surface density

10

of 1,840 g/m² (171 g/ft²). It was stiffer than Sample 1 and could not be bent without a substantial effort.

Example 8

5 Waste headliner material obtained from an automotive headliner manufacturing process is shredded into a fluff and an isocyanate adhesive composition (17.5% by weight) is added to said fluff, as described in U.S. patent application Ser. No. 12/715,084. A 203 mm×203 mm (8 in×8 in) sheet of 50 g/m² polyester scrim having a light adhesive backing and weighing 2 g, was placed on the bottom of a 203 mm×203 mm (8 in×8 in) mold, comprising the optional bottom decorative layer. Fluff blended with the adhesive composition (30 g) was placed on the bottom of a 203 mm×203 mm (8 in×8 in) mold and forms the bottom outer layer of the sandwich.

10 A 203 mm×203 mm×9.53 mm (8 in×8 in×5/8 in) corrugated cardboard honeycomb weighing 16 g and having a cell size of 6.35 mm (1/4 in.), forms the core layer of the sandwich. The corrugated material, commercially available from Tricel Honeycomb Corp., is placed on top of the 30 g of aforementioned fluff blended with the adhesive composition; fluff blended with the adhesive composition (30 g) which comprises the top outer layer is placed on the top of the core layer.

15 Finally, a 203 mm×203 mm (8 in×8 in) sheet of 50 g/m² polyester scrim having a light adhesive backing and weighing 2 g, comprising the optional top decorative layer, was placed on the top of top outer layer. Compression sufficient to maintain a nominal 12.7 mm final thickness is applied using a Carver press. The sample was left in the press for 3 minutes at a temperature of 180° C. (355° F.). After trimming, the produced composite was 11.05 mm (0.435 in) thick, weighted a total of 76 g and had a surface density of 1,840 g/m² (171 g/ft²). It was slightly less stiff than Sample 3 and could not be bent without a substantial effort.

Example 9

20 Waste headliner material obtained from an automotive headliner manufacturing process is shredded into a fluff and an isocyanate adhesive composition (17.5% by weight) is added to said fluff, as described in U.S. patent application Ser. No. 12/715,084. Fluff blended with the adhesive composition (35 g) was placed on the bottom of a 203 mm×203 mm (8 in×8 in) mold and forms the bottom outer layer of the sandwich.

25 A 203 mm×203 mm×9.53 mm (8 in×8 in×5/8 in) phenolic-impregnated (15% content) corrugated cardboard honeycomb weighing 20 g and having a cell size of 6.35 mm (1/4 in.), forms the core layer of the sandwich. This corrugated material, commercially available from Tricel Honeycomb Corp., is placed on top of the 35 g of aforementioned fluff blended with the adhesive composition; fluff blended with the adhesive composition (35 g) which comprises the top outer layer is placed on the top of the core layer and the entire sandwich is compressed to a nominal 12.7 mm (0.5 in) total thickness.

30 Compression sufficient to maintain the nominal 12.7 mm final thickness is applied using a Carver press. The sample was left in the press for 3 minutes at a temperature of 180° C. (355° F.). After trimming, the produced composite was 11.43 mm (0.45 in) thick, weighted a total of 80 g and had a surface density of 1,937 g/m² (180 g/ft²). It was slightly stiffer than Sample 2 and could not be bent without a substantial effort.

Example 10

35 Waste headliner material obtained from an automotive headliner manufacturing process is shredded into a fluff and

11

an isocyanate adhesive composition (17.5% by weight) is added to said fluff, as described in U.S. patent application Ser. No. 12/715,084. A 203 mm×203 mm (8 in×8 in) sheet of 50 g/m² polyester scrim having a light adhesive backing and weighing 3 g, was placed on the bottom of a 203 mm×203 mm (8 in×8 in) mold, comprising the optional bottom decorative layer. Fluff blended with the adhesive composition (30 g) was placed on the bottom of the 203 mm×203 mm (8 in×8 in) mold and forms the bottom outer layer of the sandwich.

A 203 mm×203 mm×9.53 mm (8 in×8 in×3/8 in) phenolic impregnated (15% content) corrugated cardboard honeycomb weighing 20 g and having a cell size of 6.35 mm (1/4 in.), forms the core layer of the sandwich. This corrugated material, commercially available from Tricel Honeycomb Corp., is placed on top of the 30 g of aforementioned fluff blended with the adhesive composition; fluff blended with the adhesive composition (30 g) which comprises the top outer layer is placed on the top of the core layer. Finally, a 203 mm×203 mm (8 in×8 in) sheet of 50 g/m² polyester scrim having a light adhesive backing and weighing 3 g, comprising the optional top decorative layer, was placed on top of the top outer layer.

Compression sufficient to maintain a nominal 12.7 mm final thickness is applied using a Carver press. The sample was left in the press for 3 minutes at a temperature of 180° C. (355° F.). After trimming, the produced composite was 11.43 mm (0.45 in) thick, weighted a total of 80 g and had a surface density of 1,937 g/m² (180 g/ft²). It was about the same stiffness as Sample 3 and could not be bent without a substantial effort.

Example 11

Waste headliner material obtained from an automotive headliner manufacturing process is shredded into a fluff and an isocyanate adhesive composition (17.5% by weight) is added to said fluff, as described in U.S. patent application Ser. No. 12/715,084. Fluff blended with the adhesive composition (25 g) is placed on the bottom of a 203 mm×203 mm (8 in×8 in) mold and forms the bottom outer layer of the sandwich.

A 203 mm×203 mm×12.70 mm (8 in×8 in×1/2 in) corrugated cardboard honeycomb weighing 18 g and having a cell size of 9.53 mm (3/8 in.), forms the core layer of the sandwich. This corrugated material, commercially available from Tricel Honeycomb Corp., is placed on top of the 25 g of aforementioned fluff blended with the adhesive composition; finally fluff blended with the adhesive composition (35 g) is placed on the top of the core layer and the entire sandwich is compressed to a nominal 12.7 mm (0.5 in) total thickness.

Compression sufficient to maintain the nominal 12.7 mm final thickness is applied using a Carver press. The sample was left in the press for 3 minutes at a temperature of 180° C. (355° F.). After trimming, the produced composite was 11.18 mm (0.44 in) thick, weighted 72 g and had a surface density of 1,744 g/m² (162 g/ft²). It was as stiff as Sample 1 and could not be bent without a substantial effort.

Example 12

Waste headliner material obtained from an automotive headliner manufacturing process is shredded into a fluff and an isocyanate adhesive composition (17.5% by weight) is added to said fluff, as described in U.S. patent application Ser. No. 12/715,084. A 203 mm×203 mm (8 in×8 in) sheet of 50 g/m² polyester scrim having a light adhesive backing and weighing 2 g, was placed on the bottom of a 203 mm×203 mm (8 in×8 in) mold, comprising the optional bottom decorative layer. Fluff blended with the adhesive composition (25 g) was

12

placed on the bottom of a 203 mm×203 mm (8 in×8 in) mold and forms the bottom outer layer of the sandwich.

A 203 mm×203 mm×9.53 mm (8 in×8 in×3/8 in) corrugated cardboard honeycomb weighing 18 g and having a cell size of 6.35 mm (1/4 in.), forms the core layer of the sandwich. This corrugated material, commercially available from Tricel Honeycomb Corp., is placed on top of the 25 g of aforementioned fluff blended with the adhesive composition; fluff blended with the adhesive composition (35 g) which comprises the top outer layer is placed on the top of the core layer and the entire sandwich is compressed to a nominal 12.7 mm (0.5 in) total thickness.

Finally, a 203 mm×203 mm (8 in×8 in) sheet of 50 g/m² polyester scrim having a light adhesive backing and weighing 2 g, comprising the optional top decorative layer, was placed on the top of top outer layer. Compression sufficient to maintain the nominal 12.7 mm final thickness is applied using a Carver press. The sample was left in the press for 3 minutes at a temperature of 180° C. (355° F.). After trimming, the produced composite was 10.67 mm (0.42 in) thick, weighted a total of 76 g and had a surface density of 1,840 g/m² (171.5 g/ft²). It was not as stiff as Sample 3 but could not be bent without a substantial effort.

Example 13

Waste headliner material obtained from an automotive headliner manufacturing process is shredded into a fluff and an isocyanate adhesive composition (17.5% by weight) is added to said fluff, as described in U.S. patent application Ser. No. 12/715,084. A 203 mm×203 mm (8 in×8 in) sheet of 50 g/m² polyester scrim having a light adhesive backing and weighing 2 g, was placed on the bottom of a 203 mm×203 mm (8 in×8 in) mold, comprising the optional bottom decorative layer. Fluff blended with the adhesive composition (30 g) was placed on the bottom of a 203 mm×203 mm (8 in×8 in) mold and forms the bottom outer layer of the sandwich.

A 203 mm×203 mm×12.7 mm (8 in×8 in×1/2 in) corrugated cardboard honeycomb weighing 18 g and having a cell size of 9.53 mm (3/8 in.), forms the core layer of the sandwich. This corrugated material, commercially available from Tricel Honeycomb Corp., is placed on top of the 30 g of aforementioned fluff blended with the adhesive composition; fluff blended with the adhesive composition (30 g) which comprises the top outer layer is placed on the top of the core layer.

Finally, a 203 mm×203 mm (8 in×8 in) sheet of leather whose uneven back surface is to be put in contact with the top outer layer, was placed on top of said top outer layer. The leather sheet weighted 40 g; it comprised the optional top decorative layer. Compression sufficient to maintain the nominal 12.7 mm final thickness is applied using a Carver press. The sample was left in the press for 5 minutes at a temperature of 180° C. (355° F.). After trimming, the produced composite weighted a total of 110 g. It was not as stiff as Sample 3 but could not be bent without a substantial effort.

Example 14

Waste headliner material obtained from an automotive headliner manufacturing process is shredded into a fluff and an isocyanate adhesive composition (17.5% by weight) is added to said fluff, as described in U.S. patent application Ser. No. 12/715,084. Fluff blended with the adhesive composition (28 g) is placed on the bottom of a 203 mm×203 mm (8 in×8 in) mold and forms the bottom outer layer of the sandwich.

A 203 mm×203 mm×15.88 mm (8 in×8 in×5/8 in) corrugated honeycomb weighing 16 g and having a cell size of

13

15.88 mm ($\frac{5}{8}$ in), forms the core layer of the sandwich. This honeycomb material, commercially available from Cortek, Inc., is placed on top of the 28 g of aforementioned fluff blended with the adhesive composition; finally fluff blended with the adhesive composition (32 g) is placed on the top of the core layer and the entire sandwich is compressed to a nominal 12.7 mm (0.5 in) total thickness.

Compression sufficient to maintain the nominal 12.7 mm final thickness is applied using a Carver press. The sample was left in the press for 3 minutes at a temperature of 180° C. (355° F.). After trimming, the produced composite was 11.18 mm (0.44 in) thick, weighted 70 g and had a surface density of 1,695 g/m² (158 g/ft²). It was about as stiff as Sample 5 and could be slightly bent with a substantial effort.

Example 15

Waste headliner material obtained from an automotive headliner manufacturing process is shredded into a fluff and an isocyanate adhesive composition (17.5% by weight) is added to said fluff, as described in patent application Ser. No. 12/715,084. A 203 mm×203 mm (8 in×8 in) sheet of 50 g/m² polyester scrim having a light adhesive backing and weighing 2 g, was placed on the bottom of a 203 mm×203 mm (8 in×8 in) mold, comprising the optional bottom decorative layer. Fluff blended with the adhesive composition (28 g) was placed on the bottom of the 203 mm×203 mm (8 in×8 in) mold and forms the bottom outer layer of the sandwich.

A 203 mm×203 mm×15.88 mm (8 in×8 in× $\frac{5}{8}$ in) cardboard honeycomb weighing 18 g and having a cell size of 15.88 mm ($\frac{5}{8}$ in), forms the core layer of the sandwich. This corrugated material, commercially available from Cortek, Inc., is placed on top of the 28 g of aforementioned fluff blended with the adhesive composition; fluff blended with the adhesive composition (32 g) which comprises the top outer layer is placed on the top of the core layer.

Finally, a 203 mm×203 mm (8 in×8 in) sheet of 50 g/m² polyester scrim having a light adhesive backing and weighing 2 g, comprising the optional top decorative layer, was placed on the top of top outer layer. Compression sufficient to maintain the nominal 12.7 mm final thickness is applied using a Carver press. The sample was left in the press for 3 minutes at a temperature of 180° C. (355° F.). After trimming, the produced composite was 11.56 mm (0.455 in) thick, weighted a total of 76 g and had a surface density of 1,840 g/m² (171 g/ft²). It was slightly less stiff than Sample 6 but could be bent with some effort.

The invention claimed is:

1. A method of producing useful, multilayered articles from recycled materials, comprising the steps of:

14

placing a first outer layer into a thermal compression mold, the first outer layer being composed of shredded scrap material mixed with a curable adhesive or binder; placing a core layer over the first outer layer in the mold; placing a second outer layer over the core layer in the mold, the second outer layer also being composed of shredded scrap material mixed with a curable adhesive or binder; and compressing the layers with heat in a single operation for a specified amount of time to produce a composite article.

2. The method of claim 1, wherein the article is formed without the use of any adhesives other than the adhesive in the curable outer layers.

3. The method of claim 1, wherein the article is formed without the use of cast or spray resin compositions or reinforcing fiber mats.

4. The method of claim 1, wherein the shredded scrap material includes automotive interior trim parts.

5. The method of claim 1, wherein the adhesive or binder is a non-aqueous, isocyanate prepolymer adhesive or binder that is cured without adding water to the mixture.

6. The method of claim 1, wherein the curable adhesive is an isocyanate prepolymer adhesive or binder produced by reacting an isocyanate component with an isocyanate-reactive component.

7. The method of claim 1, including the step of positioning a decorative layer on top of the first outer layer or below the second outer layer prior to compression.

8. The method of claim 1, including the step of positioning a decorative coverstock, textile or other polymeric film, sheet or scrim on top of the first outer layer or below the second outer layer prior to compression.

9. The method of claim 1, wherein the core layer has a corrugated or honeycomb structure.

10. The method of claim 1, wherein the core layer is a solid structure.

11. The method of claim 1, wherein the core layer includes foam.

12. The method of claim 1, wherein the core layer includes a plurality of parallel tubes creating a partially voided structure.

13. The method of claim 1, wherein the curing takes place at a temperature in the range of 10 to 200° C.

14. The method of claim 1, wherein the curing takes place at a temperature in the range of 15 to 50° C.

15. The method of claim 1, further including the step of adding glass fibers to the outer layer mixtures prior to curing.

16. The method of claim 1, further including the step of trimming the article to produce a panel, component or part having a desired shape.

* * * * *

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 200580007146.8

[51] Int. Cl.

B32B 3/02 (2006.01)

E04C 2/02 (2006.01)

B29C 45/16 (2006.01)

[45] 授权公告日 2009 年 5 月 13 日

[11] 授权公告号 CN 100486801C

[22] 申请日 2005.2.19

CN1426891A 2003.7.2

[21] 申请号 200580007146.8

CN1367078A 2002.9.4

[30] 优先权

WO0117764A1 2001.3.15

[32] 2004.3.5 [33] DE [31] 102004010810.2

CN1284448A 2001.2.21

[86] 国际申请 PCT/EP2005/001747 2005.2.19

审查员 刘 磊

[87] 国际公布 WO2005/087483 德 2005.9.22

[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

[85] 进入国家阶段日期 2006.9.5

代理人 周 铁 李连涛

[73] 专利权人 拜尔材料科学股份公司

地址 德国莱沃库森

[72] 发明人 R·维尔肯斯 R·埃尔克伦茨

A·拉梅克 M·克洛克

K·科内荣

[56] 参考文献

EP1319503A1 2003.6.18

US2001038229A1 2001.11.8

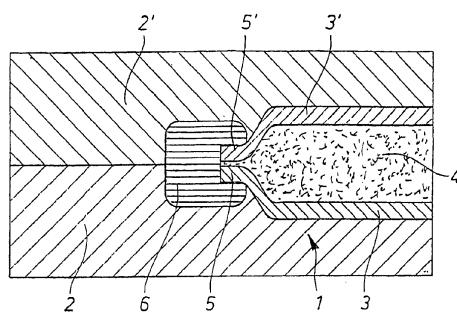
权利要求书 2 页 说明书 7 页 附图 1 页

[54] 发明名称

复合构件

[57] 摘要

本发明涉及一种基于夹层结构的复合构件，至少由下列组成：(a)两外层(3, 3')，其各自独立地由各至少一种由金属、塑料、玻璃、天然物质和/或碳制成的膜、板、纤维层和/或泡沫塑料组成，和(b)置于外层(3, 3')之间的芯层，其由含大量空腔的金属、塑料、天然物质和/或纸制成。铸塑树脂体系至少部分贯穿该外层(3, 3')和芯层，并通过压制使外层(3, 3')和芯层(4)相连接。该复合构件的特征在于，该外层(3, 3')在夹层结构的至少一个区(5, 5')相互压制，并且在压制区(5, 5')的该夹层结构由热塑性塑料所包封。



1. 一种基于夹层结构的复合构件，至少由下列组成：

- (a) 两个外层(3, 3')，其彼此独立地分别由至少一种金属膜、金属板、塑料膜、塑料板、泡沫塑料、玻璃纤维层、碳纤维层、亚麻纤维层、剑麻纤维层、黄麻纤维层和/或大麻纤维层组成，和
(b) 置于外层(3, 3')之间的芯层(4)，其由含大量空腔的金属、塑料、木材、亚麻、剑麻、黄麻、大麻和/或纸制成，

其中，铸造树脂体系位于芯层和每一外层之间且至少部分贯穿所述外层(3, 3')和芯层(4)，并通过压制使外层(3, 3')和芯层(4)相连接，其特征在于，所述外层(3, 3')在夹层结构的至少一个区域(5, 5', 8, 8', 9, 9')中相互压制，并且该夹层结构在压制区域(5, 5', 8, 8', 9, 9')中由热塑性塑料(6)包封。

2. 权利要求1的复合构件，其特征在于，所述芯层(b)具有波形的、角形的、蜂窝状或泡沫状结构。

3. 权利要求1或2的复合构件，其特征在于，所述外层(a)是纤维层。

4. 权利要求1或2的复合构件，其特征在于，所述铸造树脂体系是双组分聚氨酯体系。

5. 权利要求1或2的复合构件，其特征在于，在夹层结构的边缘区相互压制所述外层(a)，并用热塑性塑料包封经压制的边缘区。

6. 权利要求1或2的复合构件，其特征在于，在夹层结构的开口区、卷边区或变形区相互压制所述外层(a)，并用热塑性塑料包封经压制的区。

7. 权利要求1或2的复合构件，其特征在于，在所述相互压制的外层(a)的区域附近的包封热塑性塑料至少部分充填所述芯层(b)的空腔，使得形成下陷。

8. 权利要求1或2的复合构件，其特征在于，所述热塑性塑料是基于聚酰胺、聚酯、聚苯乙烯、丙烯腈-丁二烯-苯乙烯、热塑性聚氨酯、聚烯烃、聚碳酸酯、聚环氧丙烷、聚砜、聚苯硫、聚酰亚胺或聚醚醚酮的非增强的、增强的和/或经填充的塑料或这些塑料的混合物。

9. 一种用于制备权利要求1-8之一的复合构件的方法，其特征在于下列步骤：

-
- (i) 将芯层和外层置于压制工具中，芯层位于外层之间，
 - (ii) 在至少一个外层上涂覆铸塑树脂体系，步骤(i)和(ii)可以任意顺序进行，
 - (iii) 将芯层与外层压制成夹层结构以及在该夹层结构的至少一区域中相互压制外层，
 - (iv) 使按步骤(iii)所压制的夹层结构脱模，
 - (v) 将所压制的夹层结构置于注塑工具中，并将热塑性塑料在相互压制的外层的区域中注塑在夹层结构上。

复合构件

本发明涉及一种具有夹层结构的复合构件，其至少由置于两外层之间的芯层组成。铸塑树脂体系至少部分贯穿所述层，并且所述层经压制相互粘合。本发明还涉及制备这种复合构件的方法。

如由 EP 1319503 A 已知一种具有夹层结构的轻质复合构件，其由具有蜂窝结构或波型结构的芯层如纸、铝或塑料和由纤维层如天然纤维、玻璃纤维、塑料纤维或碳纤维制成的下外层和上外层组成。由于其在小壁厚下的低面积重量和高抗弯强度，例如可在汽车制造中用作内贴衬。该下外层和上外层的纤维层例如用双组分聚氨酯(PUR)体系润湿，该体系部分或全部渗入芯层中。该例如可易于发泡的 PUR 体系提供了外层与芯层的成型和粘合。

该夹层复合构件按模压法制造。由芯层和外层制成的该夹层结构的两面表面喷涂以双组分 PUR 体系，并引入到通常加热到 60 – 160°C，优选 120 – 140°C 的模具中并经压制。脱模和冷却后，该复合构件按需进行如冲压、铣削或包覆。

螺纹连接、局部金属增强、连结部件、紧固部件等的整合的可能性是有限的。例如在压制工具中制备复合构件时，可相应定位插入件，并在压制时通过发泡的和硬化的 PUR 体系与复合构件粘合。该插入件也可完全封入复合构件中，这时将外层如纤维层置于该插入件上面，并在压制时压在插入件上。

另外还已知，将如由塑料制成的模制部件通过熔焊连接在轻质复合构件上。但这是较耗费的，因为首先要单独制备模制部件，然后将其引入熔焊工具中进行熔焊。此外，熔焊连接的质量与所用的材料很有关系。

再则还已知，这类夹层复合构件用易流动的材料如聚氨酯进行包封。该用聚氨酯注塑的复合构件的缺点是有较低的刚度和强度。此外，用交联性的 PUR 树脂体系有针对性地注塑该复合构件的各区域是很耗费的。在注塑的 PUR 中形成毛刺还需要耗费性的后加工。最后，注塑的 PUR 表面对某些应用不能满足光学要求，并不能着色。

本发明的目的在于，在现有技术已知的具有夹层结构的轻质复合

构件基础上提供一种复合构件，其适于借助于注塑法整合功能部件和模制部件，特别是由热塑性塑料制成的模制部件。

本发明主题是一种基于夹层结构的复合构件，其至少由下列组成：

(a) 两外层，其各自独立地分别由至少一种由金属、塑料、玻璃、天然物质和/或碳制成的膜、板、纤维层和/或泡沫塑料组成，和

(b) 置于外层之间的芯层，其由含大量空腔的金属、塑料、天然物质和/或纸制成，

其中，铸造树脂体系至少部分贯穿外层和芯层，并通过压制使外层和芯层相连接，其特征在于，至少在一部分夹层结构区对外层进行相互压制，并且在压制区的夹层结构用热塑性塑料包封。

本发明的复合构件至少由三层组成：一层芯层和芯层两面的两外层。由多层芯层和由多层外层组成的结构也是可能的。芯层由金属、塑料、天然物质和/或纸构成。优选的金属是铝、镁和它们的合金。优选的塑料是聚酰胺、聚酯、聚碳酸酯、聚丙烯、聚苯乙烯、ABS、聚酰胺-酰亚胺(PAI)和其混合物。塑料可为经增强的或未经强的、经填充的或未经填充的。天然物质的实例是木材、亚麻、剑麻、黄麻、大麻。在本发明中所述的纸意指各类纸，如多层纸，如硬纸板或经树脂浸渍过的纸。

作为主要特征，本发明复合构件的芯层含大量的空腔。该空腔可呈任意几何形状。空腔可以是例如角形的或圆形的通道、孔或气泡。该空腔可呈规则或不规则排列。优选芯层具有波形的、角形的、蜂窝状或海绵类的外型。芯层例如可以是波纹金属板或波纹硬纸板。类似于波纹金属板或波纹硬纸板，芯层也可是角形的而不是波形的，例如具有矩形或三角形形状。此外，类似于波纹金属板或波纹硬纸板，芯层也可由塑料制成。角形或波形的塑料型材例如可是挤压成型的。例如可应用多壁板作为由塑料制成的芯层。

芯层的厚度优选为 5 – 50 mm。由于大量的空腔，芯层的重量相对于其厚度是小的。其密度优选为 10 – 1000 kg/m³。

本发明的复合构件的芯层两面的外层各自独立地由金属、塑料、玻璃、天然物质和/或碳构成。该外层是膜、板、纤维层和/或泡沫塑料。纤维层可以是例如网、织物、针织物、编织物、无纺织物或毡。适于

外层的优选金属是铝、镁和它们的合金。优选的塑料是聚酰胺、聚酯、聚碳酸酯、聚丙烯、聚苯乙烯、ABS、PAI 和其混合物。适于外层的天然物质例如是亚麻、剑麻、黄麻和大麻。芯层两面的外层可以是相同的或不同的。

外层厚度优选为 0.1 – 2 mm。该外层的面积重量优选为 225 – 1200 g/m²。

铸造树脂体系至少部分贯穿本发明复合构件的面层和芯层。这意味着该铸造树脂体系部分或全部充填芯层的空腔。如果外层由纤维层或泡沫塑料构成，则该铸造树脂体系同样也贯穿外层的纤维以及孔、空腔等。如果外层是膜或板，则该铸造树脂体系存在于外层和芯层之间，并部分或全部润湿外层。该铸造树脂可用作各层之间的相互连结，这些层在铸造树脂体系硬化前经热压。在纤维状外层情况下，该铸造树脂体系同时用于固定纤维以及形成复合构件的表面。通过各层的相互粘结特别是赋予该复合构件以高强度和刚性。至少由芯层、两外层和铸造树脂体系组成的复合体是现有技术已知的(如 EP 1319503 A)，在本发明中下面也称为夹层结构。

铸造树脂体系可以是单组分体系或多组分体系如双组分体系。其可以是发泡的或不发泡的。可能的铸造树脂体系的实例是：聚氨酯(PUR)体系、聚酯树脂体系、环氧树脂体系、丙烯酸树脂体系。优选使用双组分 PUR 体系，特别优选如 EP 1319503 A 中第二页第 26 行到第三页第 20 行所述的双组分 PUR 体系。硬化的双组分 PUR 体系的面积重量优选为 400 – 1200 g/m²。

现有技术已知的夹层结构的面积重量优选为 2100 – 3600 g/m²。

按本发明，至少在复合构件的夹层结构的一个区域相互压制所述外层，并在压制区中用热塑性塑料包封该夹层结构。在本发明中该夹层结构的外层的相互压制是指，该夹层结构被压在一起，直到使外层几乎相互接触。处于外层之间的芯层此时被压紧到最小。

外层相互压制可使注塑法中的热塑性塑料在与夹层结构连结。在无相互压制的外层的现有技术已知的夹层结构中出现的问题是，在夹层结构中注塑热塑性塑料时，由于高的注塑压力使塑料不可控地伸展到芯层中，并由此使夹层结构变形或受损。因为按本发明相互压制该外层后该外层几乎相互邻近，所以在注塑时塑料熔体不可再在外层之间

流入芯层。因此该相互压制阻止了塑料熔体在注塑时不可控地渗入芯层并由于处理热塑性塑料所需的高注入压力使芯层变形或受损。外层相互压制也阻止了复合构件的不可控的溢喷，因为该塑料熔体仅可在相互压制的外层区透入注塑工具的空腔。在其余未经压制的区域内，该复合构件邻近工具腔的内壁，由此该工具腔被密封，以防塑料熔体的不可控伸展。

外层例如可在该复合构件夹层结构的边缘区相互压制，并用热塑性塑料包封。这样，可对该夹层结构提供由热塑性塑料部分或连续包封的边缘。但复合构件的外层也可在制备时在任意的其它区相互压制，这取决于在复合构件的哪些区域要用热塑性塑料包封。如果该复合构件具有例如开口，则可压制例如该开口的边缘并用热塑性塑料包封。也可压制复合构件表面中的卷边和其它变形，并用塑料包封。

另一方面也可在复合构件的一个区域中使塑料熔体有针对性地进入芯层中，这可以产生下陷并由此产生夹层结构和热塑性塑料之间的形状合适的连接。这例如可如下实现，即离夹层结构或开口某一距离例如以圆形围绕开孔相互压制该复合构件外层。在注塑时塑料熔体经敞开的即未经压制的该开口的边缘进入芯层。但是，通过压制该塑料熔体可并非是不可控地扩展到芯层中，而仅例如围绕开口最多达经压制的范围。

用注塑法包封该夹层结构的热塑性塑料优选是基于聚酰胺(PA)、聚酯特别是聚对苯二甲酸乙二酯(PET)、聚对苯二甲酸丁二酯(PBT)、聚苯乙烯(PS)、丙烯腈-丁二烯-苯乙烯(ABS)、热塑性聚氨酯(TPU)、聚烯烃特别是聚丙烯(PP)、聚乙烯(PE)、聚碳酸酯(PC)、聚环氧丙烷(PPO)、聚砜(PSO)、聚苯硫(PPS)、聚酰亚胺(PI)、聚醚醚酮(PEEK)的非增强的、增强的和/或经填充的塑料或这些塑料的混合物。

由含铸造树脂体系的芯层和外层组成的夹层结构以热塑性塑料的包封可提高该夹层结构的刚度和强度。此外，还可以各种方式将功能性部件如增强件、加固件或连接件注塑到夹层结构的任意位置，例如边缘处或表面上。由此可使由其它材料如金属制成的模制部件或构件较简单地与本发明的复合构件相连接。这样就可以较简单的方式使本发明的复合构件整合到由多个相同或不同模制部件或构件组成的整个体系中。也可以这种方式使本发明复合构件类型的多个模型部件相互连

接。

本发明的另一目的在于提供一种制备本发明的复合构件的方法，该方法的特征在于下列步骤：

- (i) 将芯层和外层插入压制工具中，将芯层置于外层之间
- (ii) 在至少一个外层上涂覆铸塑树脂体系，步骤(i)和(ii)可以任意顺序进行，
- (iii) 将芯层与外层压制为夹层结构以及在该夹层结构的至少一区域中相互压制外层，
- (iv) 使按步骤(iii)所压制的夹层结构脱模，
- (v) 将所压制的夹层结构插于注塑工具中，并将热塑性塑料注塑到相互压制的外层区域中的夹层结构上。

由现有技术已知的本发明的复合构件的夹层结构是借助于模压法制备的，即外层是通过压制，特别是整面的压制与芯层相连接(这里的步骤(iii))。在压制前，铸塑树脂体系以液态特别是整面地涂于至少一外层上(步骤(ii))。该铸塑树脂体系的涂覆可例如通过喷涂进行。该铸塑树脂体系的涂覆(步骤(ii))可在压制工具中在置入外层和芯层(步骤(i))后进行，或在压制工具外在置入外层和芯层前进行。在压制工具中芯层置于外压之间(步骤(i))，并接着进行压制(步骤(iii))。该方法的实施例如描述于 EP 1319503 A 中。

在铸塑树脂体系硬化前，按本发明该夹层结构的外层在所需区域如在边缘区经相互压制(步骤(iii))。压制芯层与外层使该层相互连接以及在所选区域相互压制外层可在压制工具中同时进行或相继进行。外层的相互压制有利地是在与相互压制芯层与外层以制成夹层结构本身同一压制工具中进行。但原则上也同样可使该两分步骤在不同的压制工具中相继进行。经硬化、需要时冷却和脱模(步骤(iv))后，将经压制的夹层结构置于注塑工具中，并在该注塑工具中在相互压制的外层区域中用热塑性塑料包封该夹层结构(步骤(v))。

本发明的复合构件例如可在汽车制造中用于门衬里部件、车辆底板部件、仪器面板部件、仪器面板支架部件以及卧式车身部件，但也可用于家具或家用设备部件。注塑在经压制的夹层结构上的热塑性塑料可以是功能部件，如加强肋。

下面按附图详述本发明。

图 1 示出在压制的边缘区注塑热塑性塑料后的在注塑工具中的本发明复合构件片段的截面示意图

图 2 示出在压制的边缘区注塑热塑性塑料后的在注塑工具中的本发明复合构件片段的截面示意图，其中该塑料在未经压制区渗入芯层中

图 3 示出在该复合构件的压制开口区域中注塑热塑性塑料后的在注塑工具中的本发明复合构件片段的截面示意图

在图 1 中本发明的复合构件 1 位于注塑工具(未示出)的两半工具 2、2'之间。该复合构件 1 由两外层 3、3'和具有例如蜂窝状结构的芯层 4 构成。芯层 4 位于两外层 3、3'之间。在图 1 中所示的复合构件 1 的实施方案中，外层 3、3'在其边缘区 5、5'处被相互压制，以使外层 3、3'几乎相互紧邻。处于外层 3、3'之间的芯层 4 在经压制的边缘区 5、5'中几乎完全压紧。在经压制的边缘区 5、5'中该复合构件 1 由热塑性塑料 6 所包封。该热塑性塑料 6 不是在相互压制的外层 3、3'之间渗入到该复合构件 1 的芯层 4 中。

不同于图 1 所示的实施方案，在图 2 中示出的实施方案中两外层 3、3'不直接在边缘区 10、10'被相互压制，而是在离边缘 10、10'某些距离的区域 9、9'被相互压制。在未经压制的边缘区 10、10'中向复合构件 1 注塑热塑性塑料 6 时，热塑性塑料 6 渗入芯层 4，即渗入外层 3、3'之间。该热塑性塑料 6 渗入芯层 4 直到经压制的区域 9、9'。这样，该注塑的塑料 6 产生下陷。在经相互压制的外层 3、3'的区域 9、9'中，该塑料 6 不继续渗入芯层 4 中。该压制区 9、9'阻止塑料熔体 6 继续、尤其是不可控地扩展到芯层 4 中。

图 3 示出复合构件 1 的另一实施方案，该构件位于注塑工具(未示出)的两半工具 2、2'之间。外层 3、3'具有相互叠置的开口 7、7'。芯层在叠置的开口 7、7'的区域中也具有开口 11。外层 3、3'在开口 7、7'的周边 8、8'经相互压制。相互叠置的开口 7、7'、11 用热塑性塑料 6 包封，以致该塑料 6 形成与复合构件 1 的形状合适的连接。

在另一未示出的实施方案中，例如还可为包封的热塑性塑料提供开口。

实施例：

夹层结构由厚 6 mm、面积重量约为 1000 g/m² 的纸质蜂窝结构体

作为芯层和面积重量均约为 400 g/m^2 的两玻璃纤维层作为芯层的两面而构成。所述层用由多元醇和二异氰酸酯(Baypreg F[®], Bayer AG, 德国)组成的面积重量约为 400 g/m^2 的聚氨酯铸塑树脂体系通过在压制工具中的压制相互连接。如此制成的夹层结构的面积重量为 2630 g/m^2 (密度为 0.4 g/cm^3)。

在压制工具中相互压制各层时，同时即在一个加工步骤中在该聚氨酯铸塑树脂体系硬化前在其外边缘区中相互压制该夹层结构的外层。PUR 树脂硬化后，将该模制件脱模，并将其置于注塑工具中。在该经压制的边缘区于注塑工具中对该夹层结构注塑聚酰胺 6 GF 30。注塑的塑料的厚度为 6 mm。复合构件的总厚度为 6 mm，密度约为 0.7 g/cm^3 ，面积重量约为 4400 g/m^2 。该注塑的热塑性塑料不渗入外层中间的芯层中。

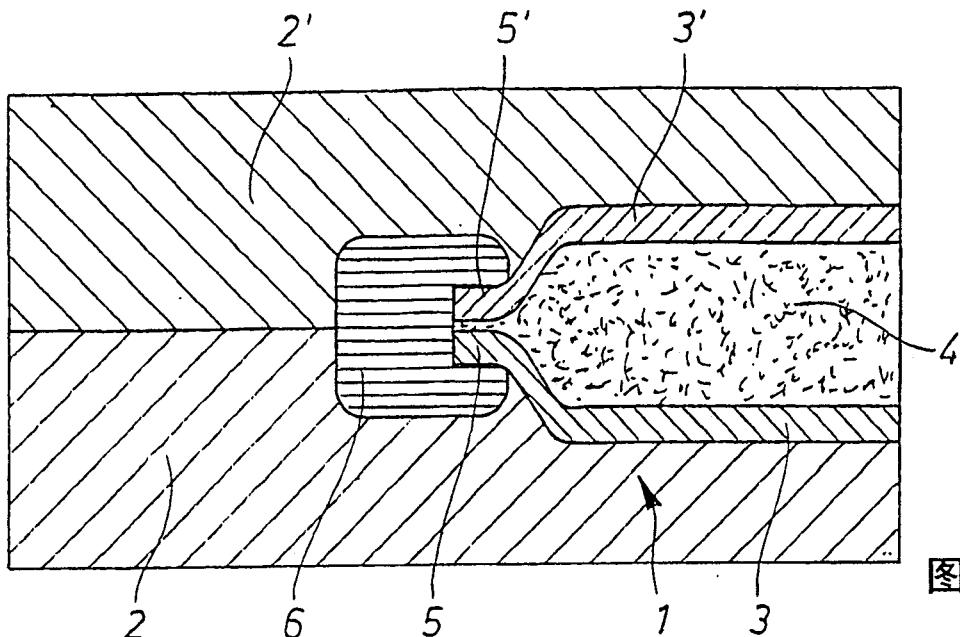


图 1

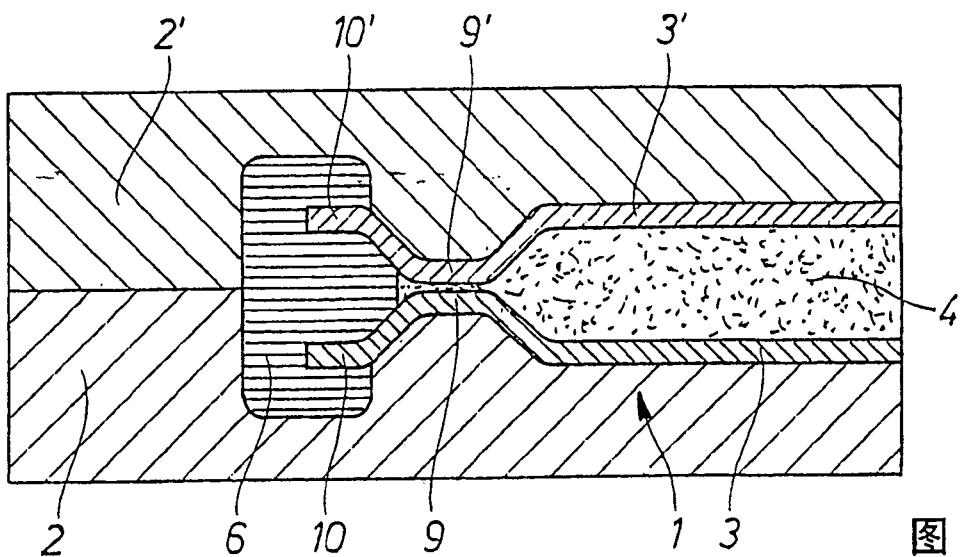


图 2

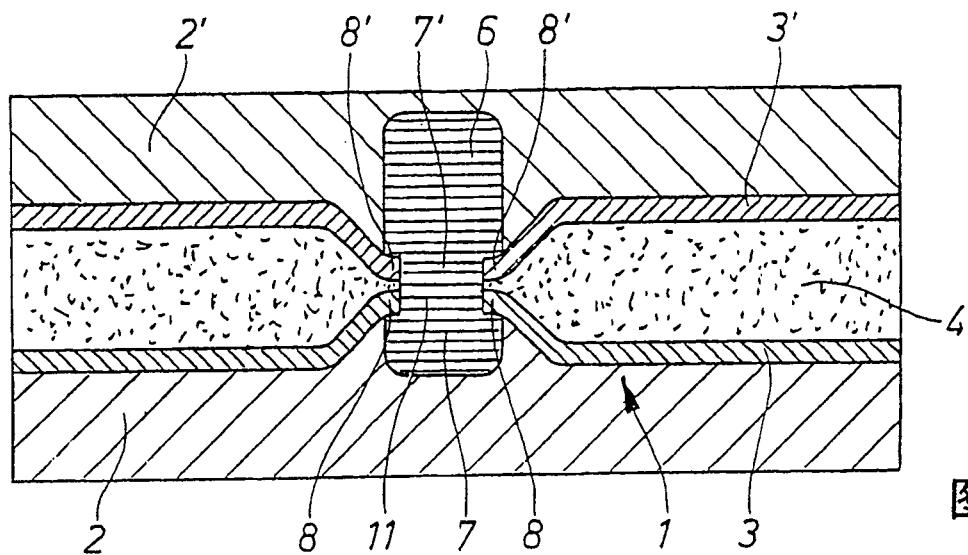


图 3

RESUMO DE102004010810A1 11 A invenção descreve um componente compósito baseado em uma estrutura sanduíche, consistindo pelo menos no DÓLAR A (a) duas camadas de cobertura (3, 3'), cada uma das quais é feita independentemente de pelo menos um filme, placa, tapete de fibra e / ou espuma de metal, plástico, vidro , Material natural e / ou carbono e DÓLAR A (b) uma camada central (4) feita de metal, plástico, material natural e / ou papel com um grande número de cavidades dispostas entre as camadas de cobertura (3, 3'), sendo o DÓLAR A um sistema de resina fundida as camadas de cobertura (3, 3') e a camada de núcleo penetram pelo menos parcialmente e as camadas de cobertura (3, 3') são conectadas à camada de núcleo (4) pressionando. O componente compósito é caracterizado pelo fato de que as camadas de cobertura (3, 3') são pressionadas uma contra a outra pelo menos em uma área (5, 5') da estrutura em sanduíche e a estrutura em sanduíche é revestida por extrusão com material termoplástico (6) na área pressionada (5r, 5') é.

CLAIMS CN100486801C

1.

13 A composite component based on a sandwich structure, consisting of at least the following:
(a) Two outer layers (3, 3'), which are independently composed of at least one metal film, metal plate, plastic film, plastic plate, foam Plastic, glass fiber layer, carbon fiber layer, flax fiber layer, sisal fiber layer, jute fiber layer and/or hemp fiber layer, and (b) the core layer (4) placed between the outer layers (3, 3')), which is made of metal, plastic, wood, flax, sisal, jute, hemp and/or paper with a large number of cavities, wherein the cast resin system is located between the core layer and each outer layer and at least partially penetrates The outer layer (3, 3') and the core layer (4), and the outer layer (3, 3') and the core layer (4) are connected by pressing, characterized in that the outer layer (3, 3') are pressed against each other in at least one area (5, 5', 8, 8', 9, 9') of the sandwich structure, and the sandwich structure is pressed in the pressing area (5, 5', 8, 8', 9, 9 ') is encapsulated by thermoplastic (6).

2.

26 The composite member of claim 1, wherein the core layer (b) has a corrugated, angular, honeycomb or foam structure.

3.

31 The composite component of claim 1 or 2, characterized in that the outer layer (a) is a fiber layer.

4.

35 The composite component of claim 1 or 2, characterized in that the cast resin system is a two-component polyurethane system.

05-08-2020 1

5.

40 The composite component according to claim 1 or 2, characterized in that the outer layers (a) are pressed against each other in the edge area of the sandwich structure, and the pressed edge area is encapsulated with a thermoplastic.

6.

46 The composite component according to claim 1 or 2, characterized in that the outer layer (a) is mutually pressed in the open area, crimping area or deformation area of the sandwich structure, and the compressed area is encapsulated with thermoplastic.

7.

52 The composite component according to claim 1 or 2, characterized in that the encapsulated thermoplastic near the area of the mutually pressed outer layer (a) at least partially fills the cavity of the core layer (b) so as to form a depression.

8.

58 The composite component of claim 1 or 2, wherein the thermoplastic is based on polyamide, polyester, polystyrene, acrylonitrile-butadiene-styrene, thermoplastic polyurethane, polyolefin, polycarbonate, poly Non-reinforced, reinforced and/or filled plastics of propylene oxide, polysulfone, polyphenylene sulfide, polyimide or polyetheretherketone or mixtures of these plastics.

9.

65 A method for preparing a composite component according to any one of claims 1-8, characterized by the following steps: (i) placing the core layer and the outer layer in a pressing tool, the core layer being located between the outer layers, (ii) Coating the casting resin system on at least one outer layer, steps (i) and (ii) can be carried out in any order, (iii) laminating the core layer and the outer layer to form a sandwich structure and mutually in at least one area of the sandwich structure Pressing the outer layer, (iv) demolding the sandwich structure pressed in step (iii), (v) placing the pressed sandwich structure in an injection tool, and injecting the thermoplastic in the area of the mutually pressed outer layer On the sandwich structure.

05-08-2020 2

DESCRIPTION CN100486801C

10 Abstract The present invention relates to a composite component based on a sandwich structure, which is composed of at least the following: (a) Two outer layers (3, 3'), each independently composed of at least one metal, plastic, glass, natural substance and / Or carbon film, board, fiber layer and/or foam plastic composition, and (b) a core layer placed between the outer layers (3, 3'), which is composed of metal, plastic, Made of natural materials and/or paper. The cast resin system at least partially penetrates the outer layer (3, 3') and the core layer, and the outer layer (3, 3') and the core layer (4) are connected by pressing. The composite component is characterized in that the outer layer (3, 3') is pressed

against each other in at least one zone (5, 5') of the sandwich structure, and the sandwich structure in the pressing zone (5, 5') is made of thermoplastic Encapsulation.

19 Composite component

20 The invention relates to a composite component with a sandwich structure, which at least consists of a core layer placed between two outer layers. The cast resin system at least partially penetrates the layers, and the layers are bonded to each other by pressing. The invention also relates to a method of preparing such a composite member.

24 As known from EP 1319503 A, a lightweight composite component with a sandwich structure is composed of a core layer with a honeycomb structure or a corrugated structure such as paper, aluminum or plastic and a fiber layer such as natural fiber, glass fiber, plastic fiber or It is composed of a lower outer layer and an upper outer layer made of carbon fiber. Because of its low area weight and high bending strength under small wall thickness, it can be used as an inner lining in automobile manufacturing, for example. The fiber layers of the lower outer layer and the upper outer layer are, for example, wetted with a two-component polyurethane (PUR) system, which partially or completely penetrates into the core layer. The PUR system, which can be easily foamed, for example, provides the formation and adhesion of the outer layer and the core layer.

32 The sandwich composite component is manufactured according to the molding method. The two-component PUR system is sprayed on both sides of the sandwich structure made of the core layer and the outer layer, and is introduced into a mold usually heated to 60-160°C, preferably 120-140°C, and pressed. After demolding and cooling, the composite component is subjected to stamping, milling or cladding as required.

36 The integration possibilities of threaded connections, local metal reinforcement, connecting parts, fastening parts, etc. are limited. For example, when preparing a composite component in a pressing tool, the insert can

05-08-2020 1

be positioned accordingly and bonded to the composite component through the foamed and hardened PUR system during pressing. The insert can also be completely enclosed in the composite component, in which case an outer layer such as a fiber layer is placed on the insert and pressed on the insert during pressing.

41 It is also known to connect molded parts such as plastics to lightweight composite components by welding. But this is more expensive, because the molded part must first be prepared separately and then introduced into the welding tool for welding. In addition, the quality of the welded connection has a lot to do with the materials used.

45 It is also known that such sandwich composite components are encapsulated with easy-flowing materials such as polyurethane. The disadvantage of this polyurethane injection-molded composite component is its lower stiffness and strength. In addition, it is very costly to inject specific areas of the composite component with a crosslinkable PUR resin system. The formation of burrs in the injected PUR also requires costly postprocessing. Finally, the injection

molded PUR surface cannot meet the optical requirements for some applications and cannot be colored.

51 The object of the present invention is to provide a composite component based on the lightweight composite component with a sandwich structure known in the prior art, which is suitable for integrating functional components and molded components by means of injection molding, especially made of thermoplastic Molded parts.

55 The subject of the present invention is a composite component based on a sandwich structure, which at least consists of the following:

57 (a) Two outer layers, each independently composed of at least one film, board, fiber layer and/or foam plastic made of metal, plastic, glass, natural material and/or carbon, and

59 (b) The core layer placed between the outer layers, which is made of metal, plastic, natural material and/or paper with a large number of cavities,

61 Among them, the cast resin system at least partially penetrates the outer layer and the core layer, and connects the outer layer and the core layer by pressing. It is characterized in that the outer layer is mutually pressed in at least a part of the sandwich structure area, and the sandwich structure in the pressing area Encapsulated with thermoplastic.

65 The composite component of the present invention is composed of at least three layers: a core layer and two outer layers on both sides of the core layer. Structures composed of multiple core layers and multiple outer layers are also possible. The core layer is composed of metal, plastic, natural substances and/or paper. Preferred metals are aluminum, magnesium and their alloys. Preferred plastics are polyamide, polyester, polycarbonate, polypropylene, polystyrene, ABS, polyamide-imide (PAI) and mixtures thereof. The plastic can be reinforced or unstrengthened, filled or unfilled. Examples of natural substances are wood, flax, sisal, jute, hemp. The paper in the present invention means various types of paper, such as multi-layer paper, such as cardboard or paper impregnated with resin.

73 As the main feature, the core layer of the composite member of the present invention contains a large number of cavities. The cavity can have any geometric shape. The cavity may be, for example, angular or circular channels, holes or bubbles. The cavities can be arranged regularly or irregularly. Preferably, the core layer has a corrugated, angular, honeycomb or sponge-like appearance. The core layer can be, for example, corrugated metal sheet or corrugated cardboard. Similar to corrugated metal sheet or corrugated cardboard, the core layer can also be angular instead of corrugated, for example having a rectangular or triangular shape. In addition, similar to corrugated metal sheet or corrugated cardboard, the core layer can also be made of plastic. The

05-08-2020 2

angular or corrugated plastic profile can be extruded, for example. For example, multi-wall panels can be used as the core layer made of plastic.

82 The thickness of the core layer is preferably 5-50 mm. Due to the large number of cavities, the weight of the core layer is small relative to its thickness. Its density is preferably 10-1000kg/m³.

84 The outer layers on both sides of the core layer of the composite member of the present invention are each independently composed of metal, plastic, glass, natural material and/or carbon. The outer layer is a film, board, fiber layer and/or foam. The fiber layer may be, for example, a net, fabric, knitted fabric, woven fabric, non-woven fabric, or felt. Preferred metals suitable for the outer layer are aluminum, magnesium and their alloys. Preferred plastics are polyamide, polyester, polycarbonate, polypropylene, polystyrene, ABS, PAI and mixtures thereof. Natural substances suitable for the outer layer are, for example, flax, sisal, jute and hemp. The outer layers on both sides of the core layer can be the same or different.

91 The thickness of the outer layer is preferably 0.1-2 mm. The area weight of the outer layer is preferably 225-1200 g/m².

93 The cast resin system at least partially penetrates the face layer and core layer of the composite component of the present invention. This means that the cast resin system partially or completely fills the cavity of the core layer. If the outer layer is composed of a fiber layer or foamed plastic, the cast resin system also penetrates the fibers, pores, and cavities of the outer layer. If the outer layer is a film or a plate, the cast resin system exists between the outer layer and the core layer and wets the outer layer partially or completely. The casting resin can be used as the interconnection between the layers, and these layers are heat-pressed before the casting resin system hardens. In the case of a fibrous outer layer, the cast resin system is used for both fixing the fibers and forming the surface of the composite component. The mutual bonding of the layers gives the composite component high strength and rigidity. A composite body composed of at least a core layer, two outer layers and a cast resin system is known in the prior art (such as EP 1319503 A), and is also referred to as a sandwich structure in the present invention.

104 The casting resin system can be a single-component system or a multi-component system such as a two-component system. It can be foamed or unfoamed. Examples of possible casting resin systems are: polyurethane (PUR) systems, polyester resin systems, epoxy resin systems, acrylic resin systems. A two-component PUR system is preferably used, and a two-component PUR system as described on the second page, line 26 to the third page, line 20 in EP 1319503 A is particularly preferred. The area weight of the hardened two-component PUR system is preferably 400-1200 g/m².

110 The area weight of the sandwich structure known in the prior art is preferably 2100-3600 g/m².

111 According to the present invention, the outer layers are pressed against each other in at least one area of the sandwich structure of the composite component, and the sandwich structure is encapsulated with thermoplastic in the pressing zone. The mutual pressing of the outer layers of the sandwich structure in the present invention means that the sandwich structure is pressed together until the outer layers are almost in contact with each other. The core layer between the outer layers is now compressed to a minimum.

116 The outer layers are pressed against each other so that the thermoplastic in the injection molding method is connected to the sandwich structure. In the sandwich structures known from the prior art that do not have mutually compressed outer layers, the problem arises that when thermoplastics are injected in the sandwich structure, the high injection pressure causes the plastic to uncontrollably stretch into the core layer and thereby deform or damage the sandwich structure. Since the outer layers are almost adjacent to each other after they are pressed against each other according to the present invention, the plastic melt can no longer

05-08-2020 3

flow into the core layer between the outer layers during injection molding. This mutual compression therefore prevents the plastic melt from uncontrollably penetrating the core layer during injection molding and deforming or damaging the core layer due to the high injection pressure required to process thermoplastics. The mutual pressing of the outer layers also prevents uncontrollable overflow of the composite component, because the plastic melt can only penetrate into the cavity of the injection molding tool in the area of the mutually pressed outer layers. In the remaining unpressed area, the composite member is adjacent to the inner wall of the tool cavity, whereby the tool cavity is sealed to prevent uncontrollable expansion of the plastic melt.

130 The outer layers can, for example, be pressed against each other in the edge region of the sandwich structure of the composite component and encapsulated with thermoplastic. In this way, the sandwich structure can be provided with edges partially or continuously enclosed by thermoplastic. However, the outer layers of the composite component can also be pressed against each other in any other areas during the preparation, depending on which areas of the composite component are to be encapsulated with thermoplastic. If the composite member has, for example, an opening, the edge of the opening can be pressed, for example, and encapsulated with thermoplastic. It is also possible to suppress curling and other deformations in the surface of the composite component and encapsulate it with plastic.

138 On the other hand, the plastic melt can also be introduced into the core layer in a targeted manner in a region of the composite component, which can result in sagging and thus a suitably shaped connection between the sandwich structure and the thermoplastic. This can be achieved, for example, by pressing the outer layer of the composite component against each other at a certain distance from the sandwich structure or the opening, for example in a circle around the opening. During injection molding, the plastic melt enters the core layer through the edge of the opening that is open, that is, not pressed. However, by pressing the plastic melt may not expand into the core layer uncontrollably, but only surround the opening up to the pressed range, for example.

146 The thermoplastic used to encapsulate the sandwich structure by injection molding is preferably based on polyamide (PA), polyester, especially polyethylene terephthalate (PET), polybutylene terephthalate (PBT), polystyrene Ethylene (PS), acrylonitrile-butadiene-styrene (ABS), thermoplastic polyurethane (TPU), polyolefins, especially polypropylene (PP), polyethylene (PE), polycarbonate (PC), polyepoxy Propane (PPO), polysulfone (PSO), polyphenylene sulfide (PPS), polyimide (PI), polyether ether ketone (PEEK) unreinforced, reinforced and/or filled plastics or these plastics mixture.

152 The encapsulation of a sandwich structure composed of a core layer and an outer layer containing a cast resin system with a thermoplastic can improve the rigidity and strength of the sandwich structure. In addition, functional components such as reinforcements, reinforcements or connectors can be injection molded into any position of the sandwich structure, such as on the edge or on the surface, in various ways. As a result, molded parts or components made of other materials, such as metals, can be connected to the composite component of the present invention more easily. In this way, the composite component of the present invention can be integrated into the entire system composed of multiple identical or different molded parts or components in a relatively simple manner. It is also possible to connect multiple model parts of the composite component type of the present invention in this way.

161 Another object of the present invention is to provide a method for preparing the composite member of the present invention, which is characterized by the following steps:

163 (i) Insert the core layer and the outer layer into the pressing tool, and place the core layer between the outer

05-08-2020 4

layers

165 (ii) Coating a casting resin system on at least one outer layer, steps (i) and (ii) can be performed in any order,

166 (iii) Laminating the core layer and the outer layer to form a sandwich structure and pressing the outer layers against each other in at least one area of the sandwich structure,

168 (iv) demoulding the sandwich structure pressed in step (iii),

169 (v) Insert the pressed sandwich structure into an injection molding tool, and inject the thermoplastic onto the sandwich structure in the outer layer region that is pressed against each other.

171 The sandwich structure of the composite component of the present invention known from the prior art is prepared by means of a molding method, that is, the outer layer is connected to the core layer by pressing, especially the entire surface pressing (here step (iii)). Before pressing, the casting resin system is applied to at least one outer layer in a liquid state, especially the entire surface (step (ii)). The coating of the casting resin system can be carried out, for example, by spraying. The coating of the casting resin system (step (ii)) can be carried out after the outer layer and core layer (step (i)) are placed in the pressing tool, or before the outer layer and core layer are placed outside the pressing tool get on. The core layer is placed between external pressures in the pressing tool (step (i)), and then pressing (step (iii)). The implementation of this method is described in EP 1319503 A, for example.

180 Before the casting resin system hardens, the outer layers of the sandwich structure according to the present invention are mutually pressed in the desired area, such as the edge area (step (iii)). The pressing of the core layer and the outer layer to connect the layers to each

other and the pressing of the outer layers to each other in selected areas can be performed simultaneously or sequentially in the pressing tool. The mutual pressing of the outer layer is advantageously carried out in the same pressing tool as the core layer and the outer layer are mutually pressed to make the sandwich structure itself. In principle, however, the two sub-steps can also be carried out successively in different pressing tools. After hardening, cooling if necessary, and demolding (step (iv)), the compressed sandwich structure is placed in an injection molding tool, and the sandwich is encapsulated with thermoplastic in the mutually compressed outer layer region in the injection molding tool Structure (step (v)).

190 The composite member of the present invention can be used for door lining parts, vehicle floor parts, instrument panel parts, instrument panel bracket parts, and horizontal body parts in automobile manufacturing, but can also be used for furniture or household equipment parts. The thermoplastic injection molded on the pressed sandwich structure can be a functional part, such as a reinforcing rib.

194 The present invention will be described in detail below with reference to the drawings.

195 Figure 1 shows a schematic cross-sectional view of a segment of the composite component of the invention in an injection molding tool after injection molding of thermoplastic in the pressed edge zone

197 Fig. 2 shows a schematic cross-sectional view of a segment of the composite component of the invention in an injection tool after injection of thermoplastic in the pressed edge zone, wherein the plastic penetrates into the core layer in the unpressed zone

200 Figure 3 shows a schematic cross-sectional view of a segment of the composite component of the invention in the injection molding tool after injection of thermoplastic in the area of the pressing opening of the composite component

203 In Figure 1 the composite component 1 of the present invention is located between the two tool halves 2, 2' of an injection molding tool (not shown). The composite member 1 is composed of two outer layers 3, 3' and a core layer 4 having, for example, a honeycomb structure. The core layer 4 is located between the two outer

05-08-2020 5

layers 3, 3'. In the embodiment of the composite member 1 shown in Fig. 1, the outer layers 3, 3' are pressed against each other at their edge regions 5, 5' so that the outer layers 3, 3' are almost adjacent to each other. The core layer 4 located between the outer layers 3, 3' is almost completely compressed in the pressed edge regions 5, 5'. The composite component 1 is encapsulated by a thermoplastic 6 in the pressed edge zone 5, 5'. The thermoplastic 6 does not penetrate into the core layer 4 of the composite member 1 between the outer layers 3, 3' that are pressed against each other.

212 Different from the embodiment shown in FIG. 1, in the embodiment shown in FIG. 2, the two outer layers 3, 3' are not directly pressed against each other in the edge regions 10, 10', but at some distance from the edges 10, 10' Areas 9, 9' of some distance are suppressed each other. When the thermoplastic 6 is injected into the composite component 1 in the unpressed

edge regions 10, 10', the thermoplastic 6 penetrates the core layer 4, that is, between the outer layers 3, 3'. The thermoplastic 6 penetrates into the core layer 4 as far as the pressed areas 9, 9'. In this way, the injection molded plastic 6 sags. In the regions 9, 9' of the outer layers 3, 3' that have been pressed against each other, the plastic 6 does not continue to penetrate into the core layer 4. This pressing zone 9, 9' prevents the plastic melt 6 from continuing to expand into the core layer 4, in particular uncontrollably.

221 Figure 3 shows another embodiment of the composite component 1, which is located between the two tool halves 2, 2' of an injection molding tool (not shown). The outer layers 3, 3' have openings 7, 7' overlapping each other. The core layer also has an opening 11 in the area of the overlapped opening 7, 7'. The outer layers 3, 3' are pressed against each other at the periphery 8, 8' of the openings 7, 7'. The openings 7, 7', 11 that are superimposed on each other are encapsulated with a thermoplastic 6 so that the plastic 6 forms a properly shaped connection with the composite member 1.

227 In another embodiment not shown, for example, openings can also be provided for the encapsulated thermoplastic.

229 Examples:

230 The sandwich structure is composed of a paper pit structure with a thickness of 6mm and an area weight of about 1000g/m² as the core layer and two glass fiber layers with an area weight of about 400g/m² as the two sides of the core layer. . The layer is made of polyol and diisocyanate (, Bayer AG, Germany) polyurethane casting resin system with an area weight of approximately 400g/m² Connect to each other by pressing in the pressing tool. The area weight of the sandwich structure thus produced is 2630 g/m² (with a density of 0.4 g/cm³).

236 When the layers are pressed against each other in the pressing tool, the outer layers of the sandwich structure are simultaneously pressed against each other in the outer edge region of the polyurethane casting resin system in one processing step before hardening. After the PUR resin hardens, the molded part is demolded and placed in an injection molding tool. Polyamide 6 GF 30 is injected into the sandwich structure in an injection molding tool in the pressed edge area. The thickness of the injection molded plastic is 6 mm. The total thickness of the composite component is 6mm, the density is about 0.7g/cm³, and the area weight is about 4400g/m². The injection molded thermoplastic does not penetrate into the core layer in the middle of the outer layer.

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.

C09J 7/02 (2006.01)

C09J 11/08 (2006.01)



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 03807937.2

[45] 授权公告日 2006 年 8 月 9 日

[11] 授权公告号 CN 1268706C

[22] 申请日 2003.2.13 [21] 申请号 03807937.2

[30] 优先权

[32] 2002.4.8 [33] US [31] 10/118,120

[86] 国际申请 PCT/US2003/004398 2003.2.13

[87] 国际公布 WO2003/087252 英 2003.10.23

[85] 进入国家阶段日期 2004.10.8

[71] 专利权人 3M 创新有限公司

地址 美国明尼苏达州

[72] 发明人 T·N·纳鲁 J·J·科比

R·J·佩雷拉 周治明

审查员 崔 锋

[74] 专利代理机构 上海专利商标事务所有限公司

代理人 沙永生

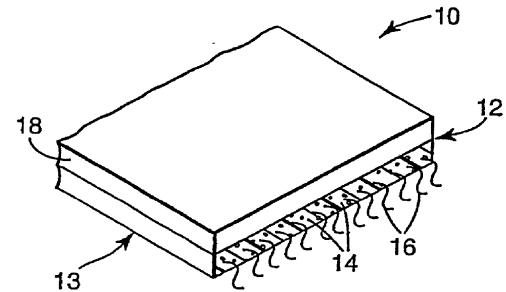
权利要求书 2 页 说明书 33 页 附图 2 页

[54] 发明名称

可干净剥除的粘合带及其制造方法

[57] 摘要

本发明提供一种多层粘合带，它包括：含有压敏粘合剂的第一粘合层；具有外表面的芯层，第一粘合层粘合在至少一部分上述外表面上；和分散在所述芯层中的纤维增强材料，该纤维增强材料赋予所述粘合带拉伸剥离性。该粘合带还包括第二粘合层，上述外表面包括第一主表面和第二主表面，第一粘合层粘合到第一主表面上，第二粘合层粘合到第二主表面上。阻燃剂可放在第一粘合层、第二粘合层和芯层中的任一层中。该粘合带是可以干净剥除的。上述的纤维增强材料一般含有具有屈服强度和拉伸断裂强度的基本连续的粘弹性纤维，上述的拉伸断裂强度至少约为屈服强度的 150%。在另一方面，本发明的粘合带可不包含纤维增强材料但仍是可干净剥除的。本发明也提供了上述粘合带的制造方法和包括如下部件的组合



1. 多层粘合带，它包括：

含有压敏粘合剂的第一粘合层；

具有外表面的芯层，第一粘合层粘合在至少一部分所述外表面上；和

5 分散在所述芯层中并赋予所述粘合带拉伸剥离性的纤维增强材料，该纤维增强材料含有：

(a) 具有屈服强度和拉伸断裂强度的基本连续的粘弹性纤维，所述的拉伸断裂强度至少为屈服强度的 150%；

(b) 拉伸 100% 后回复率大于 50% 的基本连续的弹性纤维；或

10 (c) 所述基本连续粘弹性纤维和基本连续弹性纤维的混合物。

2. 如权利要求 1 所述的粘合带，其特征在于它还包括第二粘合层，所述的外表面包括第一主表面和第二主表面，第一粘合层粘合到第一主表面上，第二粘合层粘合到第二主表面上，所述的第二粘合层含有选自丙烯酸系聚合物、聚氨酯、热塑性弹性体、嵌段共聚物、聚烯烃、硅橡胶、橡胶粘合剂、丙烯酸系粘合剂和橡胶粘合剂的掺合物以及它们混合物的材料，所述的第一粘合层含有选自丙烯酸系聚合物、聚氨酯、热塑性弹性体、嵌段共聚物、聚烯烃、硅橡胶、橡胶粘合剂、丙烯酸系粘合剂和橡胶粘合剂的掺合物以及它们混合物的材料。

3. 如权利要求 2 所述的粘合带，其特征在于它还含有放在第一粘合层、第二粘合层和芯层中的任一层中的阻燃剂，所述的阻燃剂选自无锑阻燃剂、不含多溴化联苯的阻燃剂、发泡型阻燃剂、以及它们的混合物。

4. 如权利要求 3 所述的粘合带，其特征在于它还含有增效剂。

5. 如权利要求 3 所述的粘合带，其特征在于所述的粘合带通过(1)

F.A.R. §25.853(1990 年 7 月), 12 秒垂直燃烧试验; (2) F.A.R. §25.853(1990 年 7 月), 60 秒垂直燃烧试验; (3) UL-94 V-2 分级; (4) 最大火焰蔓延指数为 35 的 ASTM 25 E162; (5) 最大燃烧和非燃烧型比光密度为 100 最大(1.5 分钟)和 200 最大(4.0 分钟)的 ASTM E622; (6) 除拉伸强度外 1993 年 9 月 29 日发布的 BMS 5-133; 或(7) BSS 7239。

6. 如权利要求 1 所述的粘合带，其特征在于所述的粘合带是可以被干净剥除的。

30 7. 如权利要求 1 所述的粘合带，其特征在于所述的纤维增强材料包含含有热塑性弹性体的弹性微纤维。

8. 如权利要求 1 所述的粘合带，其特征在于所述的纤维增强材料包括含有选自聚烯烃树脂的均聚物、共聚物、三元共聚物或四元共聚物或其混合物的材料的粘弹性微纤维。

9. 如权利要求 1 所述的粘合带，其特征在于所述的芯层含有压敏粘合剂。

5 10. 如权利要求 1 所述的粘合带，其特征在于所述的粘合带在室温下放置 72 小时后对不锈钢的剥离粘合力小于 5.25 kN/m(30 piw)。

11. 一种组合件，它包括：

基底；

位于所述基底上面的地毯；和

10 放在所述地毯和基底之间将所述地毯粘合到所述基底上的权利要求 1 所述的粘合带。

12. 从表面上剥除权利要求 1 所述粘合带的方法，其特征在于所述方法包括以不大于 30 厘米/分钟的速度和相对于该表面不大于 45°的角度从该表面上拉起所述的粘合带。

可干净剥除的粘合带及其制造方法

5 本发明涉及用于粘接两个基底或用于将地毯之类的地板覆盖物固定在基底上的可干净剥除粘合带，特别是涉及拉伸剥离粘合带以及它的制造方法

发明背景

粘合剂材料，包括压敏粘合剂(PSA)，可用于许多用途和工业，如制造安装粘合带、地毯粘合带等。一些地毯粘合带包括背衬(如布背衬或薄膜背衬)和涂布在背衬每个主表面上的粘合层。地毯粘合带中所用的粘合剂一般是压敏粘合剂。这种压敏粘合剂具有(1)干粘性和永久粘性，(2)在不超过手指压力下对基底和被粘物(如地毯背衬)都有粘性，优选的是(3)能从被粘物上剥除。压敏粘合带，如地毯粘合带，对基底提供强的粘合力，因为不打算也不需要将粘合带与基底分离。当需要拿去地毯时，用干粘性压敏粘合剂制成的压敏粘合地毯粘合带很难从基底上剥除，且可能损坏基底或可能留下粘性粘合剂残渣。对于基底(如地板)更新时费用较高的航空地毯粘合带用途来说，基底的损坏特别成问题。另外，在地毯使用过程中，污垢碾入地毯织物，并逐渐渗透过地毯，并通过在粘合带背衬中形成刻痕、割痕或小的撕裂来损坏地毯下面的粘合带。当以后拿去地毯时，对背衬的损坏可能会使粘合带断裂，从而更难于从基底上剥除。

为了能在使用后从基底上干净而方便地剥除，曾专门配制了一些压敏粘合剂，如用于 Post-It® 牌可剥离便笺的粘合剂(购自美国 3M 公司)。然而，这些粘合剂没有足够的粘性，来提供地毯用途中所需的足够固定力。一般来说，为提供足够粘合力(如把地毯固定在基底上)而配制的粘合剂难于毫不费力地从基底上剥除。

美国专利 4,024,312 公开了一种高延伸、高弹性、有薄膜背衬、通常有粘性的压敏粘合带。沿基本上与粘贴表面平行的方向纵向拉伸时，这种粘合带可以从粘贴表面上剥除。这种薄膜背衬由含有弹性和热塑性 A-B-A 嵌段共聚物的组合物制成。该薄膜背衬的纵向断裂伸长率至少约为 200%，50% 橡胶模量不超过 2000 磅/平方英寸。据称，这样低的橡胶模量是保证容易的拉伸性以及在高伸长性下方便地剥除粘合带的一个重要因素。背衬的弹性对于贴合性和其它

用途来说是重要的，而且据称，弹性回复率宜至少为 50%，优选至少为 75%，更优选至少为 90%。

5 德国专利申请 3331016A1 公开了另一种用于可剥除粘合层(adhesive bond)的粘合带。这种粘合带具有高的弹性和低的塑性。它的粘合强度小于其内聚强度，而且当拉伸这种薄膜时，其粘合力基本上消失。这种粘合带的剥离力与撕裂强度之比约为 1:2 或更高。当沿该粘合层的平面方向拉伸该薄膜时，可以将该粘合层剥离。这种粘合带用作用于粘接两个刚性固体基底的耐负荷粘合带。可以在不损坏基底的条件下分离粘接的材料。

10 美国专利申请 09/764478 中记载的压敏粘合剂含有纤维增强材料。该专利申请描述了纤维对压敏粘合剂的增强作用，以提供“可拉伸剥除”性能。该纤维增强的粘合剂组合物含有压敏粘合剂基质和分散在基质中的纤维增强材料。据称，该纤维增强的粘合剂组合物提供了比压敏粘合剂本身更高的内聚强度，同时压敏粘合剂的粘性基本上没有因为存在纤维而被降低。

15 在粘合带和其它制品用途中，可能需要阻燃性。在某些用途中，根据适用的规定要求阻燃性。例如，电气或电子领域中的粘合带可能直接接触电流、短路和/或由于使用相关电子元件或电气设备而产生的热。因此，工业标准或规范对这种粘合带制品的使用提出要求进行燃烧试验之类合格试验的条件。对于电气和电子应用来说，工业标准阻燃性试验是美国保险商实验所(Underwriters Laboratories) (UL 94 “设备和装置部件塑料阻燃性试验标准”)。对于铁路运输20 用途来说，工业标准是美国材料试验学会 ASTM E662(“固体材料产生的烟气的比光密度试验方法”)和 ASTM E162(“使用辐射能源的材料表面阻燃性试验”)。

25 对于航空用途来说，联邦航空管理局 F.A.R. §25.853(1990 年 7 月)垂直燃烧试验的试验标准第(a)(1)(i)小节涉及机组人员舱或旅客舱，包括内部天花板、内部墙板、分隔物、厨房结构、大型行李架、结构地板以及用于制备货舱的材料。F.A.R. §25.853(1990 年 7 月) 第(a)(1)(ii)小节涉及地毯粘合带、座垫、填料、装饰或非装饰性覆盖织物、皮革、托盘和厨具、电气管道、隔热隔声透气覆盖物、接头和边缘覆盖物等。在按照 F.A.R. §25.853(1990 年 7 月) 第(a)(1)(i)和(a)(1)(ii)小节的程序进行垂直燃烧试验时，用于这种用途的材料必须能自动熄灭的。铁路运输和航空用途以外的另一个工业标准是波音技术规范支持标准30 BSS 7239(“材料燃烧时产生的毒气的试验方法”)。该标准要求对燃烧气体进行分析，并规定了毒气的浓度极限。上述的毒气目前包括 HCN、NO_x、CO、

HCl、HF 和 SO₂。

具体地说，航空用途中的地毯粘合带目前由波音材料技术规定 BMS 5-133C 进行限定，并按如下标准进行分类：

II 类 1 级—最大重量为 16 盎司/平方码，白色；

5 II 类 2 级—最大重量为 16 盎司/平方码，黑色；

III 类—最大重量为 24 盎司/平方码，白色；

IV 类 1 级—差示粘性，最大重量为 5.0 盎司/平方码，第 2 面为黑色；

IV 类 2 级—差示粘性，最大重量为 9.0 盎司/平方码，第 2 面为黑色。

该技术规范列出了不同类型的关键试验及其要求。该技术规范包括重量、

10 按 F.A.R. §25.853(1990 年 7 月) (a)(1)(i) 小节(12 秒垂直燃烧试验)测试的阻燃性、拉伸强度、剥离强度、搭接剪切强度、对铝的腐蚀性和剥离衬里。

为了满足这些用途中的强制要求，可以用天然耐火材料以及通过加入阻燃剂而赋予阻燃性或耐火性的加工或人造材料制造粘合带和其它制品。目前航空领域中使用的地毯粘合带使用三氧化锑和多溴化联苯阻燃剂，特别是十溴化二苯醚(deca-BDE)。然而，2003 年 7 月 1 日起，欧洲当局已建议禁止使用某些多溴化联苯。这些禁令需要重新设计和配制的粘合带。同样在欧洲，提出了关于废旧电气和电子设备的指令，即在 2004 年 1 月之前逐渐停止使用卤代阻燃剂和一些其它材料。

两个关键的因素迫切需要为航空工业发明改进的阻燃性地毯粘合带。

20 1. 环境法规需要可接受的阻燃剂体系；和

2. 能有效地改进剥除方法、消除对地板基底的损坏和不留下粘合剂残留物的可干净剥除的粘合带。

可干净剥除的粘合带能减少航空工业的费用，减少或消除地使用溶剂剥除粘合剂残留物的需求。最终会要求阻燃性地毯粘合带满足欧洲和世界各地采用的新环境法规。

因此，需要提供压敏粘合带及其制造方法。更具体，需要提供能从基底上方便地干净剥除且不会留下大量粘合剂残留物的多层压敏粘合带，如双面粘合带。特别需要提供能用拉伸-剥离方法从基底上剥除且满足政府和/或工业阻燃性法规的阻燃压敏粘合带。

30

发明概述

本发明的一个方面提供一种多层粘合带，它包括：含有压敏粘合剂的第一

粘合层；具有外表面的芯层，第一粘合层粘合在至少一部分上述外表面上；和分散在所述芯层中的纤维增强材料，该纤维增强材料赋予所述粘合带拉伸剥离性。

本发明的粘合带可包括第二粘合层，上述的外表面包括第一主表面和第二主表面，第一粘合层粘合到第一主表面上，第二粘合层粘合到第二主表面上。上述的第一和第二粘合剂可选自如下材料：丙烯酸系聚合物、聚氨酯、热塑性弹性体、嵌段共聚物、聚烯烃、硅橡胶、橡胶粘合剂、丙烯酸系粘合剂和橡胶粘合剂掺合物以及它们的混合物。阻燃剂可放在第一粘合层、第二粘合层和芯层中的任一层中，该阻燃剂选自无锑阻燃剂、不含多溴化联苯的阻燃剂、发泡型阻燃剂、以及它们的混合物。上述的粘合带也可含有增效剂。

为了能通过(1) F.A.R. §25.853(1990 年 7 月), 12 秒垂直燃烧试验；(2) F.A.R. §25.853(1990 年 7 月), 60 秒垂直燃烧试验；(3) UL-94 V-2 分级；(4) 最大火焰蔓延指数为 35 的 ASTM E162；(5) 最大燃烧和非燃烧型比光密度为 100 最大(1.5 分钟)和 200 最大(4.0 分钟)的 ASTM E622；(6) 除拉伸强度外 1993 年 9 月 29 日发布的 BMS 5-133；或(7) BSS 7239，用上述的阻燃剂配制粘合带。该粘合带是可干净剥除的。上述的纤维增强材料一般包括具有屈服强度和拉伸断裂强度的基本连续的粘弹性微纤维，所述的拉伸断裂强度至少约为屈服强度的 150%。上述的粘弹微纤维可选自聚烯烃树脂均聚物、共聚物、三元共聚物或四元共聚物的材料以及它们的混合物。其它可能的特征将在下文中加以描述。

在描述本发明的特征时，按照与本领域中普通技术人员的用法相一致的方式对一些术语作一些解释。这些解释是举例性的，而非限定性的，且有如下含义：

“基本连续的”当用于描述纤维时是指对以加工方向取向的至少 0.5 厘米长的粘合组合物样品而言，样品中大多数的纤维没有断裂。

“发泡型阻燃剂”是指当涂布在或加入可燃性材料中时，能减少或消除该材料接触热或火焰时着火的倾向，导致烧焦和释放出非可燃性气体从而形成能保护周围基体的碳化物质，切断供氧和防止滴落的发泡物质。发泡型阻燃剂一般包含酸源、成焦剂和发泡剂。

“阻燃剂”是指当涂布在或加入可燃性材料中时，能减少或消除该材料接触热或火焰时着火倾向的物质。

“可干净剥除的”是指粘合制品的这样一种特性，即当该粘合制品以不大于 30 厘米/分钟的速度拉离一个基底表面时，该粘合制品脱离该表面而不在表

面上留下明显可见的残留物(不包括退色)。

“拉伸剥离”是指粘合制品的这样一种特性，即当该粘合制品以不大于30厘米/分钟的速度和不大于45°的角度从一个或两个表面之间拉离时，该粘合制品从基底的至少一个表面上脱离。

5 本发明的另一方面提供一种阻燃多层地毯粘合带，它包括：含有第一压敏粘合剂的第一粘合层；含有第二压敏粘合剂的第二粘合层；放在第一粘合层和第二粘合层之间的芯层；放在第一粘合层或第二粘合层至少一层中的阻燃剂，该阻燃剂基本上不含锑和多溴化联苯；且所述的粘合带是可被干净剥除的。

10 本发明这一方面的阻燃剂可选自发泡型阻燃剂、溴化磷酸酯阻燃剂、以及它们的混合物。第一和第二压敏粘合剂以及芯层的各种特征如上所述。

本发明的第三方面提供一种粘合带的制造方法，它包括：提供具有外表面的芯层；将第一粘合层涂布在至少一部分外表面上，所述的第一粘合层含有压敏粘合剂；和所述芯层和第一粘合层中一层或两层含有赋予所述粘合带拉伸剥离性的纤维增强材料。上述芯层的外表面一般包括第一主表面和第二主表面，
15 上述的第一粘合层涂布在第一主表面上。该方法还包括将第二粘合层涂布在第二主表面上。按上述方法制得的其余各种特征如上所述。

本发明的第四方面提供一种粘合带的制造方法，它包括：提供具有外表面的芯层；将第一粘合层涂布在至少一部分外表面上，所述的第一粘合层含有第一压敏粘合剂；和所述第一粘合层或芯层中至少一层还含有选自无锑阻燃剂、
20 不含多溴化联苯的阻燃剂、发泡型阻燃剂、以及它们混合物的阻燃剂，所述的芯层和第一粘合层赋予所述的粘合带可干净剥除性。所述的外表面包括第一主表面和第二主表面，涂覆第一粘合层包括将压敏粘合剂涂布在第一主表面上，该方法还包括将第二粘合层涂布在第二主表面上。在本发明的这一方面中，用上述方法制得的粘合带的各种特征如上所述。

25 在上述的制造方法中，芯层和第一粘合层或第二粘合层中的至少一层一般用挤出法制造，这些层也可以共挤出。使用前，一般将按上述方法制得的粘合带暴露于辐射源下，以使芯层、第一粘合层或第二粘合层中至少一层交联。

本发明的第五方面提供一种组合件(assembly)，它包括：基底；位于所述基底上的地毯；和放在所述地毯和基底之间将所述地毯粘合到所述基底上的本发明粘合带。
30

本发明也包括多层制品，如多层粘合带或粘合片、粘合剂转印带、单面粘合带、双面粘合带、有不同粘合性的双面粘合带、直接涂有粘合剂的基底。上

述的粘合带可包括拉片。

本发明的其它特征和优点可从下面优选实施方式的描述和权利要求书加以清楚理解。

5 附图的简要说明

在描述优选实施方式的各种特征时，参照不同的附图，其中相同的编号标记表示相同的特征。

图 1 是表示本发明粘合带的透视图；

图 2 是表示本发明另一方面粘合带的透视图；

10 图 3 是表示本发明第三方面粘合带的透视图；

图 4 是适用于制造本发明粘合带的挤出加工路线的示意图。

优选实施方式的详细描述

本发明提供可用作粘接带和安装带的可干净剥除的粘合带，如地毯粘合带。以多层结构对粘合带提供拉伸剥离性，便于从基底上剥除，且不会在基底表面上留下明显的残留物。这种粘合带包括芯层以及粘合在至少一部分芯层上的至少第一粘合层。这种粘合带可以是单面带或双面带。单面带是仅在一个表面上有粘合性的粘合带。双面带是两面都有粘合性的粘合带。

在芯层的至少一部分第一主表面上提供第一粘合层作为表层粘合剂，而赋予芯层的另一主表面自身特有的粘合性。或者，将第二粘合层提供到一部分芯层上，作为另一表层粘合剂。这种粘合剂可以与第一粘合层中的粘合剂相同或不同。本发明的粘合带可以是芯层两面都有粘性的双面带，从而可以把粘合带同时粘合到两个不同的表面上，如制品(如地毯背衬)和基底(如地板)。

为了提供拉伸剥离性，可以将纤维增强材料分散在芯层、粘合层或两者中。本发明的粘合带包括芯层和分散在粘合层或芯层中至少一层中的阻燃剂。本发明中最需要的阻燃剂是不含锑或多溴化联苯(如五溴化二苯醚(penta-BDE)、八溴化二苯醚(octa-BDE)、和十溴化二苯醚(deca-BDE))的阻燃剂。

参见附图，本发明粘合带 10 的第一实施方式表示在图 1 中。该粘合带包括片状芯层 14。该芯层第一主表面 12 和与第一主表面 12 相反的第二主表面 13。芯层 14 的主表面一般是光滑的，但粘合带 10 的一个或两个主表面上可以提供纹理或表面结构。在上述的实施方式中，芯层 14 含有许多沿粘合带制造加工方向取向的粘弹微纤维和/或弹性微纤维 16。当粘合带 10 粘合一个表面时，微

纤维 16 为芯层 14 和粘合带 10 提供拉伸剥离性。第一粘合层 18 粘合于芯层 14 的至少一部分第一主表面 12。第一粘合层 18 一般含有压敏粘合剂(通常作为表层粘合剂)，但也可以使用其它类型的粘合剂。在配制第一粘合层 18 时，也可以根据需要加入额外的微纤维(未画出)，以通过增强作用进一步提高粘合带的、
5 拉伸剥离性，特别是粘合带较薄(厚度小于 0.25 毫米(10 密耳))或粘合层对粘贴表面有高粘性时。

芯层 14 可以有粘性，这样芯层 14 的第二主表面 13 具有适于粘合带制品所
需用途的粘性。第二主表面 13 的粘性通常与第一粘合层 18 的粘性不同。在地
毯粘合带用途中，第一粘合层 1 的粘性一般配制成为对地板或其它基底有强的粘
10 合力，而芯层 14 第二主表面 13 上的粘性配制成为对地毯背衬所用材料有足够的粘
合力。而且，地毯与第二主表面 13 之间的粘合力一般比第一粘合层 18 和
地板或其它基底之间的粘合力弱一点。

粘合带 10 也可包括拉片(未画出)，这样可以通过拉住这种拉片将粘合带 10
以沿取向微纤维 16 的方向(即加工方向)从基底上剥除。为了从两个基底之间剥
15 除本发明的可拉伸剥离粘合带，一般沿与两个表面基本上平行的方向拉起该粘
合带或拉片将粘合带拉动。对粘合在地板上的地毯，通过将地毯或其它材料从
粘合带 10 的第二主表面 13 上拉离，先将地毯或其它被粘物材料从该粘合带上
剥除。粘合带 10 仍通过第一粘合层 18 沿第一主表面 12 与地板粘合。然后以
相对于地板表面约为 20°-45°的角度沿加工方向拉动粘合带 10，将该粘合带从
20 地板上剥除。或者当从地板表面上拉起地毯或其它材料时，粘合带 10 的各层
相互分离，留下一部分可通过拉伸剥离方法从上述材料和基底上剥除的粘合带
10。

在剥除过程中，沿与地板或其它基底表面基本上平行的方向对粘合带施加
一定的力。这种剥除力的施加方法可以是抓住上述的拉片或粘合带的末端，然
25 后沿上述方向拉动粘合带。当施加足以克服初始屈服强度的力时，背衬层或芯
层会发生变形。当含有粘弹性微纤维时，该粘合带先变形，然后随着微纤维的
伸长和取向而屈服，从而经受应变硬化。另外，拉伸引起的取向进一步使粘合
层脱粘。拉伸会使粘合剂拉离基底处的粘合带明显变薄。粘合带的变薄显著减
少了从基底上剥除粘合带所需的力。以约小于 45°的角度将粘合带从基底上拉
30 离有助于从层压材料上剥除粘合带。在某些航空用途中，基底可以是纤维增强
的复合层压材料或板，这样以上述角度从基底上拉离粘合带明显减少了上述板
表面由于剥除粘合带而发生脱层的可能性。剥除粘合带后，上述的表面是基本

干净的，只留下很少或看不见粘合剂残留物。

图 2 表示了本发明粘合带 100 的另一实施方式，现加以说明。粘合带 100 包括具有第一主表面 112 和第二主表面 113 的芯层 114，而且芯层 114 中含有许多微纤维 116。第一粘合层 118 粘合在芯层 114 的第一主表面 112 上，第二粘合层 120 粘合在芯层 114 的第二主表面 113 上。在该结构中，芯层 114 不必配制成粘合剂。一般提供第一粘合层 118 和第二粘合层 120 作为表层压敏粘合剂，而且这些粘合表层可以相同或不同。粘合层 118 和 120 粘合到芯层 114 的至少一部分主表面 112 和 113 上，而且这些粘合剂可包含微纤维和将要进一步描述的各种粘合剂。

图 3 表示本发明阻燃、可干净剥除的地毡粘合带 200 的另一个实施方式。粘合带 200 包括第一粘合层 214、芯层 215、第二粘合层 218 和剥离衬里 219。芯层 215 位于第一粘合层 214 和第二粘合层 218 的第一面 212 之间。剥离衬里 219 与第二粘合层 218 的第二面 213 相邻或重叠。在该结构中，第一粘合层 214 和第二粘合层 218 配制成压敏粘合剂。第一粘合层 214 和第二粘合层 218 中的一层或两层可含有不含锑或不含多溴化联苯的阻燃剂。该阻燃剂一般含有发泡型阻燃剂、溴化磷酸酯阻燃剂、以及它们的混合物。第二粘合层 218 和第一粘合层 214 可含有将要进一步描述的各种材料。通过选择本实施方式中所用的材料，可以制造可干净剥除，但不一定为上述的可拉伸剥离的粘合带 200。虽然没有画出，但与剥离衬里 219 相似的另一个剥离衬里可以与第一粘合层 214 相连。

适用于芯层 215 的材料包括本申请中所述的许多材料，如聚合物膜。或者，芯层 215 可以是织造或非织造的材料、布、稀洋纱、金属箔等。芯层 215 可以是弹性或粘弹性的，也可以不是弹性或粘弹性的。一般来说，该芯层含有阻燃剂或本身是阻燃的。芯层 215 的厚度一般约为 0.0125 微米(0.0005 英寸)至 0.625 毫米(0.025 英寸)，优选为 0.0125 微米(0.0005 英寸)至 0.125 毫米(0.005 英寸)，更优选为 0.0125 微米(0.0005 英寸)至 0.051 毫米(0.002 英寸)。上述可干净剥除的阻燃地毯粘合带可以用任何已知的粘合带制造方法制造，如热熔涂布法和溶剂涂布法之类的涂布法、层压法、热熔体挤出法等。通过选择粘合带 200 的芯层 215 和表层粘合剂 214 和 218 中所用的材料，使它们相互相容，并提供本发明的可干净剥除粘合带。如果在粘合带 200 的任一层中包含微纤维形成树脂，则可以按现场产生微纤维的方式加工含微纤维的层。如果粘合带 200 中含有微纤维，则可以用本申请中描述的拉伸剥离机理使该粘合带可干净剥除。然而，

应当清楚的是，即使任一层中都不含微纤维，粘合带 200 也可以是干净剥除的。另外，可干净剥除的粘合带 200 也不必是可拉伸剥离的。

本发明中所用的粘合表层可以连续或不连续的方式涂布在芯层表面上。在一个粘合表层中可以使用一种或多种粘合剂。例如，第一粘合剂可以以图案方式涂覆在芯层的表面上，然后将第二粘合剂涂覆在没有第一粘合剂的表面部分上。或者，第二粘合剂可以以图案方式涂覆在第一粘合剂的连续涂层上。上述的粘合剂一般是压敏粘合剂，最优选是热熔压敏粘合剂。剥离衬里可任选地覆盖在粘合剂上，以在粘合到基底上之前提供保护。应当理解，可以将其它的层和/或结构涂覆或固定在芯层主表面之一的至少一部分上。

许多材料可以用于制造本发明粘合带的芯层。例如，可以使用聚合物树脂，包括粘合剂以及它们的掺合物。适用作芯层的热塑性聚合物和粘合剂包括与纤维增强材料相容但不相混的塑性聚合物和粘合剂。可以掺合两种或多种化学组成不同的聚合物。改变粘合带中所用组分的类型和改变它们的相对浓度，可以优化所得芯层的物理性能。一般根据可拉伸剥离粘合带产品所需的性能选择特定的树脂。芯层一般含有一种或多种本申请中所述的阻燃剂，也可以用增粘剂、粘合剂(binder)、抗静电剂等进行处理，以提供其它性能。

设计可拉伸剥离和可干净剥除的通用粘合带的一般标准包括：(1)大于对基底粘合力的断裂强度，从而在剥除过程中粘合带不会断裂；(2)约小于 60，优选小于 50，更优选小于 45 的肖氏 A 硬度；(3)表层粘合剂优选不与芯层脱层；(4)粘合带应当以可干净剥除的方式从一对基底之间拉伸剥离；(5)当拉伸剥离粘合带含有粘弹微纤维时，粘合带的拉伸断裂强度应至少是屈服强度的 150%，伸长率约大于 200%，且在拉伸 100% 后回复率小于 50%，当拉伸剥离粘合带含有弹性纤维时，它的伸长率大于 200%，且在拉伸 100% 后回复率大于 50%；(6)对不锈钢或玻璃的 90° 剥离粘合力一般大于约 0.176kN/m(1 磅/英寸)，优选大于 0.352 kN/m(2 磅/英寸)，更优选大于 0.528 kN/m(3 磅/英寸)。

当拉伸剥离粘合带是地毯粘合带时，它的标准包括(1)大于对基底粘合力的劈裂强度，从而在剥除过程中粘合带不会断裂；(2)约小于 60，优选小于 50，更优选小于 45 的肖氏 A 硬度；(3)表层粘合剂优选不与芯层脱层；(4)粘合带应当能干净剥除，且应与地板拉伸剥离；(5)当拉伸剥离粘合带含有粘弹微纤维时，粘合带的拉伸断裂强度应至少是屈服强度的 150%，伸长率约大于 200%，且在拉伸 100% 后回复率小于 50%，当拉伸剥离粘合带含有弹性纤维时，它的伸长率大于 200%，且在拉伸 100% 后回复率大于 50%；(6)对不锈钢或玻璃的

90°剥离粘合力一般大于 0.352 kN/m(2 磅/英寸)，优选大于 0.704 kN/m(4 磅/英寸)，更优选大于 1.056kN/m(6 磅/英寸)；(7)在至少 10000 分钟内室温静态剪切力最小保持 250 克/平方英寸；(8)任选地是阻燃的。

航空领域中可干净剥除的阻燃地毯粘合带的标准包括：(1)满足 1993 年 9 月 29 日修订的波音材料技术规范 BMS 5-133 的要求；(2)不含锑类阻燃剂和/或多溴化联苯类阻燃剂或其它环境不能接受的阻燃剂。在可干净剥除的阻燃地毯粘合带还可拉伸剥离的情况下，该粘合带需要满足 BMS 5-133C 中除拉伸强度以外的所有要求。

一组可用于制造芯层的聚合物包括丙烯酸酯和甲基丙烯酸酯聚合物和共聚物以及它们的混合物。这些聚合物可以通过聚合一种或多种非叔烷基醇的丙烯酸酯或甲基丙烯酸酯单体制备。上述的烷基含有 1-20 个碳原子，如 3-18 个碳原子。合适的丙烯酸酯单体包括丙烯酸甲酯、丙烯酸乙酯、丙烯酸正丁酯、丙烯酸月桂酯、丙烯酸 2-乙基己酯、丙烯酸环己酯、丙烯酸异辛酯、丙烯酸十八烷酯、丙烯酸壬酯、丙烯酸癸酯、和丙烯酸十二烷酯。还可以使用相应的甲基丙烯酸酯。芳香族丙烯酸酯和甲基丙烯酸酯，比如丙烯酸苄酯，也是适用的。

任选地，一种或多种单烯键不饱和共聚单体可与丙烯酸酯或甲基丙烯酸酯单体聚合。共聚单体的量取决于该聚合物要求的性质。一类可用的共聚单体包括那些均聚物玻璃化转变温度大于丙烯酸酯均聚物玻璃化转变温度的单体。该类中合适共聚单体的实例包括丙烯酸、丙烯酰胺、甲基丙烯酰胺、取代丙烯酰胺比如 N, N-二甲基丙烯酰胺、衣康酸、甲基丙烯酸、丙烯腈、甲基丙烯腈、乙酸乙烯酯、N-乙烯基吡咯烷酮、丙烯酸异冰片酯、丙烯酸氰基乙酯、N-乙烯基己内酰胺、马来酸酐、丙烯酸羟基烷酯、(甲基)丙烯酸 N, N-二甲基氨基乙酯、N, N-二乙基丙烯酰胺、丙烯酸 β -羧乙酯、新癸酸、新壬酸、新戊酸、2-乙基己酸、或丙酸的乙烯基酯、偏二氯乙烯、苯乙烯、乙烯基甲苯、和烷基乙烯基醚。

另一类可以与丙烯酸酯或甲基丙烯酸酯单体聚合的单烯键不饱和共聚单体包括那些均聚物玻璃化转变温度小于丙烯酸酯均聚物玻璃化转变温度的单体。这种适用共聚单体的实例包括丙烯酸乙氧基乙氧基乙酯($T_g = -71^\circ\text{C}$)和甲氧基聚乙二醇 400 丙烯酸酯(T_g 是 -65°C ；从 Shin Nakamura Chemical Co., Ltd. 以商品名“NK Ester AM-90G”获得)及其混合物。

另一类适用于芯层的聚合物包括不混溶于丙烯酸系聚合物但是与其相容的聚合物。其实例包括半结晶聚合物树脂，比如聚烯烃和聚烯烃共聚物(比如，

基于具有 2 到 8 个碳原子的单体，比如低密度聚乙烯、线型低密度聚合物、超低密度聚乙烯、茂金属聚乙烯共聚物、三元共聚物和四元共聚物；无规立构聚丙烯、无定形聚丙烯和全同立构聚丙烯掺合物、乙烯-丙烯共聚物等)、聚酯和共聚聚酯、聚酰胺和共聚酰胺、氟化均聚物和共聚物、聚环氧烷(比如，聚环氧乙烷和聚环氧丙烷)、聚乙烯醇，离聚物(比如，碱中和的乙烯-甲基丙烯酸共聚物)、和纤维素乙酸酯及其混合物。其他不混溶于丙烯酸酯的聚合物实例包括溶解度参数(按照 Fedor 技术测量)小于 8 或大于 11 的无定形聚合物，比如聚丙烯腈、聚氯乙烯、热塑性聚氨酯、芳香族环氧化物、聚碳酸酯、无定形聚酯、无定形聚酰胺、丙烯腈-丁二烯-苯乙烯(ABS)共聚物，聚苯醚合金、离聚物(比如，盐中和的乙烯-甲基丙烯酸共聚物)、氟化弹性体、和聚二甲基硅氧烷及其混合。

另一类适用于芯层的聚合物包括含有紫外辐射活化基团的热塑性弹性体。其实例包括聚丁二烯、聚异戊二烯、聚氯丁烯、苯乙烯和二烯的无规与嵌段共聚物(比如，SBR)，和乙烯-丙烯-二烯单体橡胶及其混合物。

另一类适用于芯层的聚合物包括从非光聚合单体制备的压敏和热熔粘合剂。这些聚合物可以是粘合剂聚合物(即，本身是粘合剂的聚合物)，或本身不是粘合剂但是与增粘剂混合后能形成压敏粘合组合物的聚合物。具体实例包括聚 α -烯烃(比如，聚辛烯、聚己烯、和无规立构聚丙烯)、增粘的嵌段共聚物基 5 粘合剂、天然和合成橡胶、聚硅氧烷、乙烯-乙酸乙烯酯、聚氨酯、和包含环氧基的结构混合物(比如，环氧-丙烯酸酯和环氧-聚酯混合物)和上述物质的混合物。

如上所述，芯层包括大量弹性微纤维、粘弹性微纤维、或它们的混合物。这些微纤维增强芯层的同时还使粘合带具有拉伸剥离特性。弹性微纤维、粘弹性微纤维、或它们的混合物也可任选地同时加入芯层和粘合表层中。这些微纤维是在制造该芯层时由聚合物树脂原位形成的。适用微纤维包括根据待审的美国专利申请 09/764478(全文参考结合在此)所述方法制造的微纤维。

在具体实施方式中，这些增强微纤维是粘弹性的，并且包含半结晶聚合物(比如，同时具有无定形和晶体微区)。包含半结晶聚合物的具体实例包括聚己内酯(PCL)、聚丁烯(PB)、由乙烯和至少一种其他 α -烯烃单体制备的共聚物(比如，共聚(乙烯-1-烯烃)和共聚(乙烯-1-烯烃-1-烯烃))、比如以商品名 ATTANE 4202 从 Dow Chemical Co. 购得的密度低于 0.915 克/立方厘米的超低密度聚乙烯、比如从 Dupont-Dow Elastomers 购得的 ENGAGE 系列茂金属共聚物、或商

品名是 EXACT 3024, 3040 和 3139 的茂金属聚烯烃(从 ExxonMobil Company 购得)、线型低密度聚乙烯(比如，密度在 0.915 和 0.94 克/立方厘米之间，从 ExxonMobil Company 以商品名 LL-3003, ECD-125, 377D60, 369G09, 363C32, 361C33, 357C32, 350D65, 350D64, 350D60, LL-3013, 和 LL-3001 购得)、和以商品名 DOWLEX 从 Dow Chemical Co. 获得的材料。

在其他实施方式中，增强微纤维是弹性的。适用弹性增强微纤维的实例包括热塑性弹性体(比如含有聚氨酯的热塑性弹性体)、合成嵌段共聚物、和上述材料的混合。

粘弹性增强微纤维材料通常具有可测量的屈服强度。在某些实施方式中，该增强材料的屈服强度小于约 30 兆帕。该粘弹性增强微纤维材料的拉伸断裂强度通常至少约是其屈服强度的 150%。在特定实施方式中，该增强微纤维材料的拉伸断裂强度(按照 ASTM D 882-97 在 12 英寸/分(30 厘米/分)的十字头速度下测得)高于表层粘合剂和/或芯层的拉伸断裂强度。弹性增强微纤维材料在伸长 100%之后应该具有大于约 50% 的回复率。该增强微纤维材料的熔点应该高于表层粘合剂组合物的使用温度，并且高于该粘合剂组合物或用其制造的任何粘合带的储存温度。

最典型的是，粘合层和/或芯层中的增强微纤维材料以基本连续的纤维形式存在。特别是，根据本发明一个方面，该微纤维能在粘合层或芯层的加工方向至少约 0.5 厘米，优选至少约是 2 厘米，保持不断开。在其他合适的实施方式中，该基本连续的微纤维能至少连续约 5 厘米，优选至少是约 8 厘米。根据本发明的另一方面，该基本连续的微纤维通常具有约 0.05 到 5 微米的最大直径，典型值约是 0.1 到 1 微米。根据本发明的另一方面，该基本连续微纤维的长径比(即，长度对直径的比值)大于约 1000。该芯层的聚合物材料约占粘合带的 80 到 50 重量%，而该纤维增强材料约占粘合带的 20 到 50 重量%。当增强纤维材料的量约占最终粘合带制品的 40 到 50 重量% 时，该粘合带可能具有较低的剪裂强度或芯层和表层之间较弱的粘合力。这样就提供了另一种通过使该粘合带开裂并分别拉伸剥离各个部分的剥除方法。当粘合带用于两个大表面之间时，这种剥除方法是有利的。

现已发现，一种适用于本发明的拉伸剥离化学材料包括聚烯烃树脂的特定均聚物、共聚物、三元共聚物、和四元共聚物(包括聚辛烯-乙烯和/或聚己烯-乙烯的共聚物等)的粘弹性微纤维。该微纤维在制造过程中原位形成，使粘合带和/或粘合剂材料能在从基材上被剥除时拉伸，应变硬化和剥离，而不会断

裂。一般来说，乙烯与 C₃.C₁₀ 的共聚物适用于本发明，但并不局限于此。上述聚辛烯-乙烯和/或聚己烯-乙烯共聚物相容于但不混溶于许多丙烯酸系和橡胶/树脂基嵌段共聚物粘合剂中，可以在本文所述双螺杆挤出机中混合，原位形成微纤维。

5 在航空之类的某些用途中，可赋予本发明的粘合带阻燃性。适于加入本发明粘合带的阻燃剂包括发泡型阻燃剂和/或非发泡型阻燃剂、不含锑的阻燃剂。阻燃剂可加入本发明粘合带的任何层中。然而，阻燃剂一般存在于芯层和粘合表层中。芯层和粘合表层中阻燃剂的含量约为 20-60 重量%，以该粘合带的总重量为基准。如果阻燃剂加入粘合表层中，它的含量一般低于粘合表层重量的 50 重量%，优选低于 40 重量%，更优选低于 30 重量%。适用本发明粘合带的阻燃剂实例包括以商品名 EXOLIT 购自 Clariant Corporation of Charlotte, NC 的阻燃剂，上述商品名的实例包括 IFR23、AP422、AP423、AP 452(TP)、AP462、AP 740(TP)、AP 750、AP 751(TP) 和 AP 752(TP)。所有这些阻燃剂都是含有多磷酸铵和/或增效剂的非卤化阻燃剂。增效剂是当与另一种阻燃剂混合时提供比两种阻燃材料阻燃性总和更高阻燃性的其它阻燃材料。基于有机磷化合物的 EXOLIT OP 级材料(如 OP550、OP910、OP920(TP)、OP921(TP)、OP1100(TP)、EXOLIT 5060、EXOLIT5073、EXOLIT5085(VP)和 EXOLIT5087，均购自 Clariant 公司)以及 EXOLIT RP 级红磷材料(如 RP622、RP650、RP652、RP654、RP658、RP659(TP)、RP683(TP)、RP689(TP)、RP692、RP693 和 RP694)也是有用的。其它可用的非卤化阻燃剂包括 FIREBRKAKE ZB 和 BORGARD ZB(分别是硼酸锌和水合硼酸锌)、硼酸铵/二硼酸铵/四水合四硼酸铵、五硼酸铵 x8H₂O、FYREX(它是磷酸二铵和磷酸二氢铵的混合物，购自 Akzo Nobel, Gallipolis Ferry, West Virgininia)、磷酸三苯酯、磷酸二(三聚氰胺)、碳酸氢钾、硫酸钾铝、MELAPUR 25 和 MELAPUR p-46(都是三聚氰酸三聚氰胺)、MELAPUR 200(多磷酸三聚氰胺，前三种物质均购自 DSM Melamine Americas, Inc. Westwego, LA)、AMGARD NH(磷酸三聚氰胺)、ANTIBLAZE NP(磷酸烷基胺)、ANTIBLAZE NK(磷酸烷基胺盐)、ANTIBLAZE MC(多磷酸铵)、和 AMGARD NP(磷酸乙二胺)(前几种物质均购自 Albright & Wilson Americas Inc., Richmond, VA)、REOGARD 1000(它是购自 Great Lakes Chemical Corp., West Lafayette, IN 的专利发泡型阻燃剂)、三水合铝(ATH)、氧化镁和氢氧化镁。可以使用的卤化磷酸酯阻燃剂包括 TCEP(磷酸三(2-氯乙基)酯)和 TCPP(磷酸三(2-氯异丙基))酯(这两种物质均购自 Clariant Corporation)、和 FR370(磷酸三(三溴

代新戊基)酯，购自 Dead Sea Bromine Group, Beer Shiva, Israel)。有用非发泡型阻燃剂的其它实例记载在美国专利 6022914(Nowak 等人)和有用发泡型阻燃剂记载在美国专利 5851663(Parsons 等人)中。这两个美国专利都参考结合于本申请中。

5 本发明的粘合带中也可以使用一种或多种阻燃剂的混合物。合适的混合物包括重量比为 5:95-95:5 的 EXOLIT AP750 和 FR370 以及 EXOLIT IFR23 和 FR370 的混合物、和磷酸二氢铵、硫酸铵和硅酸铝镁的混合物(以商品名 FORAY 购自 Ansul Incorporated)，一种或多种阻燃剂和增效剂的混合物也可用于本发明的粘合带中。合适的增效剂包括滑石、镁化合物、锌化合物如硼酸锌、 Fe_2O_3 、
10 MoO_3 、专用沸石、硼硅氧烷(boroxo siloxane)弹性体。这些增效剂记载在 Polymer Degradation and Stability, 2001 年版第 74(3)卷第 423-426 页中 P. Anna 等人所著的“改变的流变性对发泡型阻燃剂体系的影响”一文中。同时可用于溴化和磷类阻燃剂的增效剂是购自 Ciba, Tarrytown, NY 的 CIBA FLAMESTAB NOR 116 阻燃材料。在多磷酸铵基发泡型阻燃剂与溴化磷酸酯、磷酸三聚氰胺和/或多
15 磷酸三聚氰胺阻燃剂之间似乎存在协同作用。虽然卤化阻燃剂一般不是优选的，但某些卤化阻燃剂也可用于本发明中。

现已发现，FR370(磷酸三(三溴新戊基)酯)是制备可干净剥除的阻燃地毯粘合带非常有效的阻燃剂。FR370 还没有被环境组织(如欧洲议会)鉴定为令人麻烦的物质，并被认定为三氧化锑和/或多溴化联苯的有效替代品。

芯层还可以包括一些其他添加剂。适用添加剂的实例包括增粘剂(比如，松香酯、萜烯、酚、和脂肪族合成烃树脂、芳香族合成烃树脂、或脂肪族与芳香族合成烃树脂的混合物)、增塑剂、颜料、染料、不可膨胀聚合物或玻璃微球体、可膨胀微球体、增强剂、憎水或亲水二氧化硅、碳酸钙、增韧剂、抗氧化剂、磨得很细的聚合物颗粒(比如聚酯、尼龙或聚丙烯)、稳定剂、导电和/或导热的颗粒、抗静电剂、填料、发泡剂、增粘剂如硅烷、纳米粒子如纳米粘土、非聚合纤维、及其混合物。上述添加剂和组分的添加量应为通常足以获得具有所需的最终特性，但是不至于影响上述微纤维形成的粘合带。所有添加剂的总体积百分比优选小于 70 体积%，更优选小于 60%，最优选小于 50%。另外，优选这些添加剂的粒度很小(即，不超过约 100 微米，典型值不超过约 10 微米，常常不超过约 5 微米，最优选不超过约 1 微米)，以便不影响微纤维的形成。

图 4 表示一种用于制备本发明拉伸剥离粘合带的挤出方法。根据本发明的

方法，聚合物树脂或粘合剂聚合物被送入第一挤出机 310 中(通常是单螺杆挤出机)，使树脂软化，磨碎，或熔融成一种适合挤出的形式。制得的聚合物树脂形成芯层。可以用任何方便的形式将聚合物树脂加入挤出机 310 中，比如粒料，短条，包状，股状，袋状和绳状。然后，将聚合物树脂送入第二挤出机 312(比如，通常是双螺杆挤出机)。聚合物树脂可以直接从挤出机 310 通过接口 311 送入第二挤出机 312 中。阻燃剂和微纤维形成树脂之类的其他添加剂可以加入任何入口，通常是在入口 313 加入第二挤出机 312 中，并且在捏合区进行充分混合。选择组分添加顺序和混合条件(比如，螺杆速度，螺杆长度，和温度)以获得最佳的混合。通常，混合是在比微纤维形成树脂的熔点温度至少高 10°C 但低于加入微纤维形成树脂的材料和/或微纤维形成树脂本身的降解温度的温度下进行。混合一般在 140-170°C 的温度下进行。然而，也可使用更高的温度。能够理解如果聚合物树脂以适于挤出的形式提供，则可以省略第一挤出步骤，直接将树脂加入挤出机 312 中。

适于形成微纤维的树脂可以在下游入口 313 或另一个入口(未画出)处加入挤出机 312 中。优选将微纤维形成树脂与其它添加剂分开加入。该熔融混合步骤制备了一种微纤维形成树脂和其他添加剂分散在整个熔融聚合物树脂中的组合物。通常，熔融混合操作利用入口 313 下游的至少一个捏合段充分混合各种组分。对熔融混合时使用的温度、压力、剪切速率、和混合时间进行选择，以制备适用作粘合带和/或芯层(多层粘合带的一部分)的无孔隙可挤出组合物。添加顺序、区温度、压力、剪切速率、和混合时间的选择也取决于所加工的特定化学组合物。而且，这些条件的选择是本领域技术人员能够实施的。当粘合带含有阻燃剂时，优选的加料顺序是聚合物树脂/粘合剂、阻燃剂和其它添加剂(如有的话)、微纤维形成树脂和增粘剂(如有的话)。

增强微纤维宜在上述方法的模头 314 温度处用熔体粘度(用毛细管粘度计测定)与聚合物芯层材料相似的材料制成。选择增强微纤维材料，以使其与聚合物材料不混溶但能相容。拉伸剥离粘合带的物理性能受微纤维形成好坏影响，而微纤维的形成则受加工条件和与芯层聚合物树脂的相容性影响。重要的是微纤维形成树脂和芯层聚合物的熔体粘度相接近，且加工条件适合于产生连续的微纤维。微纤维形成树脂的熔体粘度与芯层聚合物的熔体粘度之比一般约为 1:30-30:1，较好为 1:20-20:1。一般将微纤维材料熔融、混合，并以基本上球形树脂滴的形式分散在芯层材料中。这些树脂滴的平均直径一般约小于 20 微米，有时约小于 10 微米。

熔融混合后，用齿轮泵 316 经送料管 318 将形成的可挤出组合物计量加入挤出模头 314(如接触模头或锻模)中。模头 314 中的温度保持在与送料管 318 基本相同的温度。虽然可以升高送料管 318 的温度，但一般保持在低得足以防止聚合物或组分降解的温度。

5 模头 314 中的压力一般随着聚合物芯层组合物接近该模头出口 315 而降低。为了能以本领域中普通技术人员已知的方法适当加工芯层，需保持可挤出聚合物组合物通过挤出机 312 和模头 314 的流速。一般选择制造方法的温度，以使最高或最后区域内的温度为比弹性聚合物树脂、粘弹性聚合物树脂或它们混合物的熔点(下限)至少高 10°C，但低于这些组分的降解温度。另外，模头 314
10 的温度一般不会比微纤维形成聚合物的熔点高约 60°C，以便使微纤维在冷却时结晶凝固成较长、基本连续的微纤维。

通过在芯层离开模头 314 后用夹辊将该芯层对着光滑的骤冷辊 317 压制或者在多层粘合带的每个主表面上放置光滑的衬里后让该复合制品通过夹辊，可以提供粘合带芯层和/或粘合层的一个或两个主表面的光滑度。也可以通过用
15 例如记载在 2001 年 3 月 6 日授予 Sher 等人的美国专利特许证 6197397 中记载的带有图案或微结构的衬里或在粘合带离开模头 314 后让其与带有图案的辊(如带有图案的骤冷辊)接触，在多层粘合带的一个或两个主表面上压制图案。

该芯层可以与一个或多个粘合表层结合。图 4 表示本发明所用的共挤出法。在所示的系统中，通过将树脂或粘合剂聚合物加入挤出机 330(如单螺杆挤出机)将一层粘合表层材料送入系统中。在挤出机 330 中，树脂或粘合剂材料被软化、混合或熔融，然后加入到第二挤出机 332 中(例如单螺杆或双螺杆的挤出机)。微纤维树脂、增粘剂、阻燃剂之类的添加剂也可以通过在下游入口 329 处将这些附加组分加入挤出机 332 中而将其加入到粘合表层中。在挤出机 332 中这些添加剂与粘合剂材料混合。微纤维形成树脂优选与其它添加剂分别
20 加入。熔融-混合步骤制备了一种微纤维形成材料和其它添加剂分散在整个熔融粘合剂聚合物树脂中的组合物。通常，熔融-混合操作利用入口 329 下游的至少一个捏合段充分混合各种组分。对熔融混合时使用的温度、压力、剪切速率、和混合时间进行选择，以制备适用作粘合表层的无孔隙可挤出组合物。也可根据粘合剂配方选择添加剂、添加顺序、区温度、压力、剪切速率、和混合
25 时间。而且，这些条件的选择是本领域技术人员能够实施的。当表层粘合剂含有阻燃剂时，优选的加料顺序是聚合物树脂/粘合剂、阻燃剂和其它添加剂(如有的话)、微纤维形成树脂和增粘剂(如有的话)。根据粘合剂配方选择添加剂的
30

数量、加料顺序和加料点，以提供适合于粘合带成品用途的所需粘合性。

混合后，用齿轮泵 336 经送料管 334 将可挤出粘合剂组合物由挤出机 332 计量送入模头 314 的合适模腔中。该粘合剂组合物通过模头 314 上的出口 315 与芯层共挤出，以使该粘合剂组合物直接涂布在芯层的一个主表面上。可以理解，粘合剂组合物可以涂布在芯层的一个或两个主表面上。用于用粘合剂涂覆制品的共挤出法对本领域中技术人员来说是已知的，因此在本申请中不作进一步的解释。

如果粘合表层同时涂布在芯层的两个主表面上，则形成的粘合带是图 2 所示和本说明书中所述的三层(ABA 或 ABC)结构。为了制造这种 ABC 三层结构，可以按已知的方法将附加的挤出机和相关设备加入到图 3 所示的系统中，以便让第一和第二粘合表层涂布在芯层的第一和第二主表面上。也可以通过层合、涂覆或喷涂的方式将一种或两种粘合剂组合物涂布在芯层上。第一和第二组合物可以是涂布在芯层主表面上的连续粘合层或不连续粘合层。每个主表面上的粘合表层可以是相同或不同的粘合剂组合物，且可以在任一粘合层上提供三维表面结构。为了获得拉伸剥离性，粘合表层优选具有小于芯层或复合粘合带结构的撕裂强度或拉伸断裂强度的剥离粘合强度。

适用于本发明制品的粘合表层包括任何能对各种极性和非极性基材提供能让人接受的粘合性，同时以所述方式与芯层中所用组合物相容的粘合剂。粘合表层的厚度对剥离粘合性有影响。因此，粘合表层的厚度应该为至少约 0.012 毫米(0.5 密耳)，优选至少为约 0.051 毫米(2 密耳)，更优选为小于 0.25 毫米(10 密耳)。为了一次性干净剥除拉伸剥离粘合带，该粘合表层与基材之间的粘合力不宜太大，即，90 度剥离粘合力小于约 5.25 千牛/米(30 磅/英寸)，优选小于约 3.50 千牛/米(20 磅/英寸)，更优选小于约 1.75 千牛/米(10 磅/英寸)。压敏粘合剂通常是可接受的并且是所适宜的。适用的压敏粘合剂包括许多粘合剂，如丙烯酸系粘合剂(包括(甲基)丙烯酸酯与(甲基)丙烯酸、乙酸乙烯酯和二甲基丙烯酰胺之类共聚单体的共聚物、三元共聚物和四元共聚物)、聚氨酯、热塑性弹性体(如苯乙烯-异戊二烯-苯乙烯、苯乙烯-丁二烯-苯乙烯、及其混合物)、和其他嵌段共聚物、聚烯烃(如聚 α -烯烃和无定形聚烯烃)、聚硅氧烷、橡胶基粘合剂(包括天然橡胶、聚异戊二烯、聚异丁烯、丁基橡胶等)和上述粘合剂的组合及混合物的粘合剂。粘合剂组分可以包括增粘剂、增塑剂、流变改性剂、硅烷之类的助粘剂、填料、非聚合纤维、交联剂、陶瓷微球体、玻璃微球体、发泡或非发泡聚合物微球体、导电和/或导电的颗粒、抗静电剂、抗氧化剂、染

料、颜料、稳定剂、发泡剂、表面活性剂、纳米粘土之类的纳米粒子、微纤维形成树脂和其他添加剂以及活性组分如抗菌剂或类似物。一类已知适用于本发明的压敏粘合剂是如美国专利 RE24906 中所述的丙烯酸酯共聚物，特别是丙烯酸异辛酯：丙烯酸共聚物重量比为 90: 10 到约 98: 2 的共聚物和丙烯酸 2-乙基己酯：丙烯酸共聚物重量比为 90: 10-9 到约 98: 2 的共聚物。还可以是一种 65: 32 的丙烯酸 2-乙基己酯：丙烯酸异冰片酯共聚物。可用的粘合剂记载在美国专利 5,804,610 和 5,932,298 (全文参考结合于此)。丙烯酸系粘合剂和橡胶基粘合剂的掺合物例如在 PCT 国际公开文本 WO01/57152 中称为热熔融组合物 K。在粘合剂中加入抗菌剂也在美国专利 4310509 和 4323557(该两个专利全文参考结合于此)中有所提及。

剥离衬里 320 也可施加在与一个或两芯层主表面相连的粘合表层上。剥离衬里 320 可以从供料辊 322 给料，然后施加在粘合表层的表面上。适用于剥离衬里 320 的材料包括硅氧烷剥离衬里、聚酯薄膜(如聚对苯二甲酸乙二醇酯薄膜)和聚烯烃薄膜(如聚乙烯薄膜)。上述衬里和粘合层可以在夹辊 324 之间层合在一起。任选的第二剥离衬里 340 可以施加在芯层的另一主表面上。衬里 340 可以从第二供料辊 342 给料，供料辊 342 将衬里 340 送入夹辊 324。然后在芯层和相关的粘合层通过夹辊 324 时将衬里施加粘合层上。夹辊 324 的压力用于将剥离衬里 320 和 340 层合在多层粘合带结构上。

在另一种连接方式中，第二剥离衬里 340 上可以提供一层涂布在其一个表面上的粘合剂。在这种方式中，第二粘合层可以涂布在芯层的第二主表面上。第二粘合层可以与上述的共挤出粘合剂相同或不同。该粘合层一般含有压敏粘合剂。这些粘合层可以含有也可以不含有微纤维。剥离衬里 320 上也可以提供一层涂布在其表面之一的粘合剂。

或者，衬里 340 可以由供料辊(未画出)给料，并施加在骤冷辊 317 的表面上，从而使模头 314 的挤出物涂布在衬里 340 上。

在夹辊 324 之间层压后，任选地将粘合带暴露在电子束源 326 的辐射下，以交联聚合物芯层和/或粘合层。如果需要交联芯层材料来提高其内聚强度，则辐射能应足以透过芯层的厚度，以引发和完成交联反应。如本领域中普通技术人员所知，挤出芯层的厚度可能达到两侧都需要电子束辐射进行充分交联的程度。可以使用其它辐射源(如离子束、伽马辐射和紫外辐射)，而且如果仅最外层(如粘合层)需要交联时，能量较低的辐射形式也是合适的。电子辐射或其他辐射源照射后，将形成的多层粘合带层合制品卷在卷取辊 328 上。任选地将

粘合带卷在一个辊后进行照射。

剥离衬里一般涂有含氟化合物或硅氧烷之类的防粘剂。例如，美国专利 4472480 描述了一种低表面能含氟化合物衬里。合适的剥离衬里包括涂有硅氧烷防粘物质的纸、聚烯烃薄膜或聚酯薄膜。市售的涂有硅氧烷的剥离衬里的实例包括购自 James River Co., H.P. Smith Division (Bedford Park, IL) 的 POLYSLIK™ 硅氧烷剥离纸和购自 DCP-Lohja(Dixon, IL)(现称为 Loparex Inc. (Willowbrook, IL)) 的硅氧烷剥离纸。具体的剥离纸是以商品名为 1-60BKG-157 购自 Daubert Chemical Co. 的带有水基硅氧烷防粘表面的超压延牛皮纸。其它类型的稳定、无污染剥离衬里也可以用于本发明中，如美国专利申请 09/775955 中所述的剥离衬里。上述的美国专利申请参考结合于本申请中。

上述的共挤出方法可以制造双层制品，也可以制造三层以上的制品。通过在模头 314 上配置合适的供料头或使用多叶片或多歧管模头，可以制造这些多层结构。虽然已描述了用于制备本发明粘合带的挤出方法，但也可以在芯层排出模头 314 后通过在芯层或共挤出的聚合物层上层合、涂覆或喷涂粘合表层或其它聚合物层来制备多层粘合带。例如，芯层可以直接挤出到背衬层或带有粘合表层的剥离衬里上。可以使用的其它技术包括图案涂覆法。粘合带 200 最好用 1997 年 8 月 26 日授权的美国专利 5660922 中所述的方法制备。

本发明的粘合带可用于许多用途，特别适用作航空、电子、汽车和医疗用途中的地毯粘合带，也可用于广告和展示领域。可以调节制品的性能，以满足所需用途的需要。这些粘合带也可用作各种制品的连接系统或安装装置，如标牌、可反复闭合的扣件、车身侧面模塑件、面板、吊钩、夹子等。其他应用包括密封应用，比如容器密封、纸巾密封、和手术单密封。

在如下的非限制性实施例中将进一步描述本发明实施方式的特征。

25 实施例

实施例除非另有指明，实施例中所列出的全部量都以重量计。在以下测试方法和实施例中，除了宽度以外，所有样品的尺寸(通常是指长度)都是大致的尺寸，因为宽度可测量到切割工具的精度。

测试方法

阻燃性测试方法

该测试方法基于与 F.A.R. §25.853(1990 年 7 月) 相一致的标准和步骤，所不

同的是试样在 $50\% \pm 10\%$ 相对湿度下调理最少 24 小时，而不是在规定的 $50\% \pm 5\%$ 相对湿度下进行调理。

5 试样在 $21.1^{\circ}\text{C} \pm 2.8^{\circ}\text{C}$ ($70^{\circ} \pm 5^{\circ}\text{F}$)的温度和 $50\% \pm 10\%$ 的相对湿度下调理最少 24 小时。将试样安装在一个 U 型金属框中，在垂直方向上固定两个长边和一个短边，不受基底的支承也不与其连接。试样的暴露表面至少为 50.8 毫米(2 英寸)宽和约 304.8 毫米(12 英寸)长。

10 将试样与喷灯的火焰接触。试样的底边位于离喷灯顶边约 19.1 毫米($3/4$ 英寸)高的地方。将火焰对着试样底边中心线烧 12 秒钟时间。记录着火时间、燃烧长度和下落物燃烧时间，如有的话。燃烧长度是试样接触火焰的初始边缘到试样由于着火而损坏的最远点，包括部分或完全损耗、烧焦、或发脆的面积，但不包括烟熏、污染、卷曲或退色的面积，也不包括收缩或热熔的材料面积。

15 F.A.R. §25.853(1990 年 7 月)(a)(1)(i)小节 60 秒钟点火要求平均燃烧宽度不超过 152.4 毫米(6 英寸)，移离火源后平均燃烧时间为不超过 15 秒钟，下落物落下后继续燃烧不超过 3 秒钟。F.A.R. §25.853(1990 年 7 月)(a)(1)(ii)小节 12 秒钟点火要求平均燃烧宽度不超过 203 毫米(8 英寸)，移离火源后平均燃烧时间为不超过 15 秒钟，下落物落下后继续燃烧不超过 3 秒钟。

90 度剥离粘合性测试

从待测制品上切割 12.7 毫米(0.5 英寸)宽、约 152 毫米(6 英寸)长的样品，并通过把该制品滚压在铝箔上，将其层压在约 165 毫米(6.5 英寸)长、约 28.6 毫米(1.125 英寸)宽 0.051 毫米(0.002 英寸)厚的铝箔上，要注意不要在箔和制品之间夹带气泡。然后将箔/制品层压件置于清洁干燥的 51 毫米(2 英寸)宽约 127 毫米(5 英寸)长的不锈钢基板或波音复合材料上，其具体规格如以下实施例中所述，使该层压体位于该板中心，部分层压件超出该板作为一个拉片。用一个 2 千克(4.5 磅)的硬橡胶辊在每个方向上滚压两遍，将层压体滚压在该板上。注意不要在该板和层压件之间夹带气泡。如此制备的样品在室温(约 22°C)或 70°C 保留约 72 小时。然后在室温(约 22°C)下按照压敏胶带协会测试方法 PSTD-5 “压敏胶带快速粘贴”，用十字头速度为 30 厘米/分(12 英寸/分)的 INSTRON 拉伸试验仪，对样品进行 90 度剥离粘合性测试。即，不计前 25.4 厘米(1 英寸)剥离长度获得的剥离值。记录后 89 厘米(3.5 英寸)即“剥离区”的剥离值。记录值是积分的剥离粘合性值。还要记录 70°C 老化试样的破坏方式。

T型剥离粘合试验

从待测制品上切割 12.7 毫米(0.5 英寸)宽、约 152 毫米(6 英寸)长的样品，并通过把该制品滚压在铝箔上，将其层压在约 165 毫米(6.5 英寸)长、约 28.6 毫米(1.125 英寸)宽 0.051 毫米(0.002 英寸)厚的铝箔上，要注意不要在箔和制品之间夹带气泡。然后将箔/制品层压件置于清洁干燥的 51 毫米(2 英寸)宽约 127 毫米(5 英寸)长的地毯垫背衬上(以商品名 FELTEX CARPET Style 282131 购自 Feltex Carpet Ltd, Auckland, NZ)，使该层压体位于该地毯背衬中心，部分层压件超出该板作为一个拉片。用一个 2 千克(4.5 磅)的硬橡胶辊在每个方向上滚压两遍，将层压体滚压在该地毯背衬上。注意不要在该地毯背衬和层压件之间夹带气泡。如此制备的样品在室温(约 22°C)或 70°C 保留约 72 小时。然后在室温(约 22°C)下按照 ASTM D-1876-01 “粘合剂的抗剥离性”(T 型剥离试验)，用十字头速度为 30 厘米/分(12 英寸/分)的 INSTRON 拉伸试验仪，对样品进行测试。即，不计前 25.4 厘米(1 英寸)剥离长度获得的剥离值。记录后 89 厘米(3.5 英寸)即“剥离区”的剥离值。记录值是积分的剥离粘合性值。

静态剪切强度试验

从待测制品上切割 1.27 厘米(1 英寸)宽、约 15.2 厘米(6 英寸)长的样品，并将该制品滚压在铝箔的阳极化面上，将其层压在约 165 毫米(6.5 英寸)长、约 28.6 毫米(1.125 英寸)宽 0.127 毫米(0.005 英寸)厚的阳极化铝箔上，要注意不要在箔和制品之间夹带气泡。然后将箔/制品层压件对切，得到两个 2.54 厘米 x 7.62 厘米(1 英寸 x 3 英寸)的试样。从一个试样上剥离衬里，然后放在一块清洁干燥的 51 毫米(2 英寸)宽约 127 毫米(5 英寸)长的不锈钢基板上，使该层压体位于该板中心，这样 2.54 厘米(2 英寸)长 部分粘合(即 3.13 平方英寸)(0.5 平方英寸)粘合面)和 5.1 厘米(2 英寸)部分层压件超出该板作为一个拉片。用一个 2 千克(4.5 磅)的硬橡胶辊在每个方向上滚压两遍，将层压体滚压在该板上。注意不要在该板和层压件之间夹带气泡。然后将 5.1 厘米(2 英寸)的拉片绕一个三角夹折叠，并用订书钉订住，从而可以使一个重物连接到该试样上。如此制备的样品在室温和约 50% 相对湿度下保留约 72 小时。然后将试样放在 70°C(158°F)强制空气干燥箱中具有 0-2 度背斜面的静态剪切标准夹具中。在连接 500 克重物前将试样预热 10 分钟。该试验进行到试样损坏或满 10000 分钟为止。记录损坏时间和方式。如果试样没有损坏，测量和记录滑移量。

拉伸断裂强度和伸长测试

将一个硅氧烷剥离衬里施加于该制品的暴露表面上，该制品的另一表面上已有一个衬里。从待测制品上以加工方向切割 2.54 厘米(1 英寸)宽约 12.7 厘米(5 英寸)长的样品，制成测试样品。剥除一个衬里，在测试样品的中心处量取 2.54 厘米(1 英寸)长度，并作标记，求得初始间距。将 2.54 厘米(1 英寸)宽，约 7.62 厘米(3 英寸)长的掩蔽胶带置于泡沫材料制品上，使胶带边缘位于两个标记处，使标记出的 2.54 厘米(1 英寸)长的部分上没有覆盖胶带。然后剥除另一个衬里，并用掩蔽胶带完全绕该制品包裹，注意确保掩蔽胶带在制品上对准记号。使用这种胶带来防止样品与 INSTRON 的夹头粘合，并防止样品在被夹头夹住的位置处断裂。将 INSTRON 设置为以下条件：

夹头距离：2.54 厘米(1 英寸)

十字头速度：25.4 厘米/分(10 英寸/分)

然后将测试样品置于 INSTRON 夹头处，使夹头与掩蔽胶带的边缘对齐。以 25.4 厘米/分(10 英寸/分)的十字头速度对样品进行测试直到样品断裂。以磅为单位记录拉伸断裂强度(随后换算成千克)并且记录伸长距离。用伸长距离除以初始间距乘以 100 计算断裂时的伸长百分率。测试三个样品并取平均值，计算拉伸断裂强度和百分伸长。

硬度测试

测量并记录约 5.1 厘米(2 英寸)乘 2.54 厘米(1 英寸)制品样品的厚度。然后将该样品层压至一个清洁干燥的玻璃板上，注意防止在样品和玻璃之间夹带气泡。将附加制品样品片层压至第一制品上，直到总厚度为至少 0.34 厘米(0.135 英寸)。使用肖氏 A 硬度测试仪(从 Shore Instrument Mfg.Co.Inc., Freeport, NY 获得的 CV 型台和 A ASTM D2240 标准型硬度计)，对该制品的初始硬度测量三次，然后对测得的最大硬度值求平均值。

拉伸剥离测试

从测试样品中切割两个 12.5 毫米(0.5 英寸)宽，152 毫米(6 英寸)长的条带，切割长度是该样品的加工方向。将两个条带并排层压至 50.8 毫米(2 英寸)宽 × 127 毫米(5 英寸)长 × 1.59 毫米(1/16 英寸)厚的不锈钢板上，使该条带位于该板的中央以下，条带间有 1.27 厘米(0.5 英寸)的空隙，大约有 25.4 毫米(1 英寸)的条带超过板端部。注意确保在条带和该板之间形成最大润湿或接触。要求达

到 100%的接触。将粘合的样品在室温(约 22℃)下放置 24 到 72 小时。用手以大约 30 厘米/分(约 12 英寸/分)的速度以离开板的方向拉动测试条带的自由端, 引起拉伸剥离, 直到粘合失效。该试样拉离板平面的角度约 10-25 度。然后目视检查该板上是否存在残余物和条带断裂的次数。

材料

本发明实施例中使用一些市售的材料。这些材料列于下表中, 实施例中通常用商品名表示。

商品名	说明	来源
IRGACURE 651	2,2-二甲氧基-2-苯基苯乙酮	Ciba Specialty Chemicals Corp, Tarrytown, NY
FR 370	磷酸三(三溴代新戊基)酯	Dead Sea Bromine Group, Beer Shiva, Israel
EXOLIT IFR23	基于多磷酸铵的发泡型阻燃剂体系	Clariant Corporation, Charlotte, NC
HL2081	橡胶/树脂压敏粘合剂	H.B.Fuller, St. Paul, MN
SYVALITE RE80HP	增粘树脂	Arizona Chemical, Jacksonville, FL
ECR	增粘树脂	ExxonMobil Chemical Company, Houston, TX
EXACT 3040	乙烯基己烯共聚物, 标称拉伸屈服强度 (MD)为 5.4 兆帕(780 磅/平方英寸), 拉伸 断裂强度(MD)为 51.6 兆帕(7490 磅/平 方英寸), 断裂伸长(MD)为 460%, MI 为 16.5, 密度为 0.900 克/立方厘米, 峰值熔 融温度为 96℃(205° F)	ExxonMobil Chemical Company, Houston, TX

封装压敏粘合剂 I-III 的通用制备方法

按如下表 1 中所列的用量将丙烯酸 2-乙基己基酯(2-EHA)、丙烯酸(AA)、2,2-二甲氧基-2-苯基苯乙酮(IRGACURE 651)和巯基乙酸异辛酯(IOTG)混合, 制备三种压敏粘合组合物。将该组合物置于如美国专利 5804610(Hamer 等人)中所述的尺寸为约 100 毫米×5 毫米×5 毫米的包装中制成“封装的压敏粘合

剂”。包装膜是 0.0635 毫米(0.0025 英寸)厚度的 VA-24 膜(购自 Dallas, TX 的 CT Film, 乙酸乙烯酯含量为 6% 的乙烯乙酸乙烯酯共聚物热合薄膜)。将该包装物浸没在水浴中, 同时置于强度是 3.5 毫瓦/平方厘米而且用 NIST 单元测得总能量为 1627 毫焦/平方厘米的紫外辐射中, 形成“封装的压敏粘合剂(Pkg.PSA)”。

表 1

组分	2-EHA 重量份	AA 重量份	IOTG 重量份	2,2-二甲氧基-2-苯 基苯乙酮的重量份
Pkg.PSA I	90	10	0.03	0.15
Pkg.PSA II	97	3	0.01	0.15
Pkg.PSA III	95	5	0.01	0.15

封装的压敏粘合剂 IV

封装的压敏粘合剂 IV 是以商品名 HL2081 购自 H.B. Fuller Company 的市售热熔粘合剂。

制备预混合表层粘合剂 A:

将“封装的压敏粘合剂 I”通过第一个 51 毫米的单螺杆挤出机(Bonnot)送入一个螺杆速度为 300 转/分钟的 30 毫米同向双螺杆挤出机(Werner Pfleider)的第二进料口中。Bonnot 挤出机的各区温度设置如下：区 1=149°C(300°F), 区 2=163°C(325°F), 区 3=177°C(350°F)。将泵和加热软管设定为 177°C(350°F)。将双螺杆挤出机中的六个区温度设定为：区 1=163°C(325°F), 区域 2 到 6=121°C(350°F)。将该粘合剂通过设定为 121°C(350°F)的加热软管送入硅烷涂覆的纸盒中。该表层粘合剂在表 2 中被称为“预混合粘合剂 A”。

预混合表层粘合剂 B:

如下表 3 中所示的预混合粘合剂 B 是从制造商处得到的预混合枕形封装压敏粘合剂, 它可直接用于热熔加工。

按如下方法预混合五种含有阻燃剂的表层粘合剂：

将封装的压敏粘合剂通过第一个 51 毫米的单螺杆挤出机(Bonnot)以 12 磅/小时(5.45 千克/小时)的速度送入一个螺杆速度为 300 转/分钟的 30 毫米同向双螺杆挤出机(Werner Pfleider)的机筒区 1 中。Bonnot 挤出机的各区温度设置如下：区 1=149°C(300°F)，区 2=163°C(325°F)，区 3=177°C(350°F)。将泵和加热软管设定为 177°C(350°F)。将双螺杆挤出机中的六个区温度设定为：区 1=37.8°C(100°F)，区域 2=79.4°C(175°F)，区 3=37.8°C(100°F)、区 4=160°C(320°F)、区 5=160°C(320°F)和区 6=160°C(320°F)。

用 KTRON F-7 型失重加料器(购自 K Tron Corp, Pitman, NJ)将阻燃剂加入机筒区 3 中。

如有的话，在树脂熔融系统中熔融增粘树脂，然后将其加入机筒区 5 中。树脂熔融罐的温度设定为 148.9°C(300°F)，泵和加热软管设定为 162.8°C(325°F)。如有的话，阻燃剂和增粘树脂的加料速度根据设定的 12 磅/小时(5.45 千克/小时)的封装压敏粘合剂流速进行调节，以产生表 2 所示的配方中所需的重量份。

通过温度设定为 160°C(320°F)的加热软管将粘合剂输送涂有硅氧烷的纸盒中。表 2 中将表层粘合剂标明为“预混合粘合剂 C、D、E、F 和 G”。

表 2

组分类型	组分	预混合的表层粘合剂，重量份						
		A	B	C	D	E	F	G
粘合剂聚合物	Pkg.PSA I	100						
	Pkg.PSA II			100	100		100	100
	Pkg.PSA III					100		
	Pkg.PS IV		100					
增粘树脂	ECR 180					39		
	RE80HP			39	39		49	
阻燃剂	EXOLIT				75		75	50
	IFR 23							
	FR 370			49		49		

20 制备混合的芯层粘合剂 H-N

按如下方法混合 7 种芯层粘合剂：

将封装的压敏粘合剂通过第一个 51 毫米的单螺杆挤出机(Bonnot)以 2.27 千克/小时(5 磅/小时)的速度送入一个螺杆速度为 300 转/分钟的 30 毫米同向双螺杆挤出机(Werner Pfleider)的机筒区 1 中。Bonnot 挤出机的各区温度设置如下：
 区 1=149°C(300°F)，区 2=163°C(325°F)，区 3=177°C(350°F)。将泵和加热软管设定为 177°C(350°F)。将双螺杆挤出机中的六个区温度设定为：区 1=37.8°C(100°F)，区域 2=37.8°C(100°F)，区 3=37.8°C(100°F)、区 4=160°C(320°F)、
 区 5=160°C(320°F)和区 6=160°C(320°F)。

如有的话，用 KTRON F-7 型失重加料器将阻燃剂加入机筒区 3 中。

用 KTRON F-7 型失重加料器将纤维形成树脂加入机筒区 3 中。阻燃剂(如有的话)和纤维形成树脂的加料速度根据设定的 2.27 千克/小时(5 磅/小时)的封装压敏粘合剂流速进行调节，以产生表 3 所示的配方中所需的重量份。

表 3 中将芯层粘合剂标明为“混合的芯层粘合剂 H、I、J、K、L、M 和 N”。混合的芯层粘合剂不用分离，而是加入实施例 1-11 所述的三层模头的中层中。

表 3

组分类型	组分	混合的芯层粘合剂，重量份						
		A	B	C	D	E	F	G
粘合剂 聚合物	Pkg.PSA I	100				100		
	Pkg.PSA II			100	100		100	
	Pkg.PSA III							100
	Pkg.PS IV		100					
纤维形 成树脂	EXACT 3040	54	54	54	54	54	65	87
阻燃剂	EXOLIT IFR 23				75		75	50
	FR 370			49		49		

15

实施例 1-11

按如下方法将混合的芯层粘合剂 H-N 与预混合的表层粘合剂 A-G 混合，制备三层粘合带。

在按上述方法混合芯层粘合剂后，用一根加热软管将其直接泵至一个 203.2 毫米(8 英寸)宽和间隙约 1 厘米(0.040 英寸)的三层 CLOEREN 模头(购自 The cloeren Company, Orange, TX)的中心/中层中。模头温度为 320°F(160°C)。

同时，将预混合的表层粘合剂从第二个 51 毫米单螺杆挤出机(Bonnot)输送
到模头的各个外层中，并与上述的芯层粘合剂挤出物共挤出。Bonnot 区温度都
设定为 149°C(300°F)。泵和加热软管设定为 163°C(325°F)。调节表层粘合剂的
流速，以提供每个外层所需的目标厚度。调节加工条件，
5 以提供表 4 中所示的粘合带厚度。挤出的片材流延在温度设定在 7.2°C(45.5°F)
的骤冷辊上，冷却至 25°C 左右，然后输送到按照待批的美国专利申请 09/775955
“粘合剂制品及其制造方法”中实施例 10a 和 10b 所述的方法制得的 0.127 毫
米厚的聚乙烯剥离衬里上。将形成的制品卷绕在一个辊上，用于以后的交联。

从上述的试样辊上切下两段约 1 米(39 英寸)长的片材。小心地将一张 0.051
10 毫米(0.002 英寸)厚的两侧都涂布在硅氧烷但每侧防粘材料不同(标明为 5035 和
7200)的聚酯衬里(以商品名 2-PESTR(P2)-5035&7200 购自 DCP=LOHJA Inc.
Willowbrook, IL)层合到每段片材的未覆盖侧面(第 2 侧面)，涂有 7200 硅氧烷
的一侧接触未覆盖的侧面(第 2 侧面)。然后将实施例 1-3 和 6-11 中两侧都有衬
15 里的挤出片段通过一个以 300 KeV 加速电压和 6.1 米/分钟速度操作的电子束处
理装置(ESI Electro Curtain)，每个侧面通过一次。每个片段的每个侧面接受到
6 兆拉德的测量电子束剂量。

表 4

实施例 编号	表层粘合 剂,侧 1/侧 2	表层粘合剂厚 度,侧 1/侧 2,毫米 (密耳)	芯层	芯层厚 度,毫米 (密耳)	粘合带总 厚度,毫 米(密耳)	粘合带总重量 克/米 ² (盎司/ 码 ²)
1	A/A	0.076/0.076(3/3)	H	0.152(6)	0.30(12)	285.9(8.43)
2	A/A	0.076/0.076(3/3)	H	0.229(9)	0.38(15)	379.5(11.19)
3	A/A	0.076/0.076(3/3)	H	0.33	0.48(19)	469.3(13.84)
4	B/B	0.076/0.076(3/3)	I	0.305(12)	0.46(18)	338.0(9.97)
5	B/B	0.076/0.076(3/3)	I	0.10(4)	0.25(10)	345.2(10.18)
6	C/C	0.076/0.076(3/3)	J	0.38(15)	0.53(21)	592.1(17.46)
7	D/D	0.076/0.076(3/3)	K	0.13(5)	0.28(11)	334.4(9.86)
8	E/E	0.076/0.076(3/3)	L	0.13(5)	0.28(11)	318.8(9.40)
9	F/F	0.076/0.076(3/3)	M	0.36(14)	0.51(20)	554.8(16.36)
10	G/G	0.076/0.076(3/3)	M	0.20(8)	0.36(14)	4103(12.10)
11	F/F	0.076/0.076(3/3)	N	0.28(11)	0.43(17)	494.4(14.58)

然后测试所得制品的物理性能和粘合性能。结果列于表 5 中。

表 5

实施例	拉伸断裂强度 MPa (psi)	%伸长	肖氏 A 硬度	90°粘合性 kN/m(piw)		70°C 静态剪切，分钟，失败模式	拉伸剥离试样 1/试样 2
				不锈钢	波音复合材料		
1	0.059(8.6)	710	49-30(e)	1.27(7.26)	1.03(5.89)	>10000	合格/失败(1 次断裂)
2	0.066(9.7)	760	23	1.58(9.00)	1.28(7.34)	>10000	合格/合格
3	0.069(10.1)	840	21	1.87(10.7)	1.61(9.19)	>10000	合格/合格
4	0.069(10.0)	1270	41	1.86(10.64)	NT(b)	<1C(c)	合格/合格
5	0.048(7.0)	1050	35	1.41(8.04)	NT	<1C	合格/合格
6	0.078(11.4)	840	30	0.070(3.98)	0.56(3.21)	69C	合格/失败(2 次断裂)
7(a)	0.019(2.8)	600	21	0.84(4.81)	0.92(5.28)	43C	失败/失败(5 次断裂/3 次断裂)
8	0.068(9.9)	880	42	0.95(5.45)	1.31(7.51)	>10000	合格/合格
9	0.075(10.9)	730	42	0.64(3.68)	0.45(2.59)	992C	合格/失败(3 次断裂)
10	0.070(10.2)	720	50-48(e)	0.36(2.06)	0.30(1.73)	>10000	合格/合格
11	0.088(12.9)	830	41	0.47(2.71)	0.525(3.00)	51C	合格/合格

(a) 实施例 7 涂覆得很差，结构中的空隙和气泡影响测试性能。

(b) NT=未测试。

5 (c) C=内聚失败。

(d) 芯层中存在的空隙导致失败

(e) 测试过程中指示盘读数持续降低；读数没有达到标准点。

在 90°粘合试样中，所有的试样都从测试基底表面干净地剥离，而没有留下可见的残余物。实施例 4 和 5 都有橡胶粘合表层和橡胶粘合芯层，因此料到 10 在 70°C 不会有良好的剪切性。为防止实施例 1、6、7 和 9 中粘合带在拉伸剥离试验过程中发生断裂而增加微纤维的浓度和芯层的厚度，可以提高粘合带的拉伸断裂强度。

实施例 6-11, 阻燃性

按阻燃性试验方法, 测试实施例 6-11 粘合带的阻燃性。数据列于表 6 中。

表 6

	12 秒垂直燃烧结果				
	下落物	下落物燃 烧时间, 秒	燃 烧时 间, 秒	燃 烧长 度, 毫米(英 寸)	总的合格/ 失败
6	有	0	4.6	96.5(3.8)	合格
7	有	0	13	139.7(5.5)	合格
8	有	0	0	103.6(4.08)	合格
9	有	0	>15	>203.2(>8)	失败
10	有	0	>15	>203.2(>8)	失败
11	有	0	>15	>203.2(>8)	失败

5 可以认为, 通过减少所用增粘树脂的用量、增加阻燃剂的总用量和用溴化阻燃剂(如 FR370)代替一部分 IFR23 阻燃剂, 可以改善实施例 9、10 和 11 的阻燃性。

实施例 12

10 按如下方法制备图 3 所示的可干净剥除的阻燃地毯粘合带:

将表层粘合剂标明为“混合的表层粘合剂 O”, 并将芯层粘合剂标明为“混合的芯层粘合剂 P”。表层粘合剂和芯层粘合剂都不分离, 而是分别加入旋转模头和涂覆在剥离衬里上。

15 制备混合的表层粘合剂和粘合表层 O:

将封装的压敏粘合剂 II 通过第一个 51 毫米的单螺杆挤出机(Bonnot)以 2.27 千克/小时(5 磅/小时)的速度送入一个螺杆速度为 300 转/分钟的 30 毫米同向双螺杆挤出机(Werner Pfleider)的机筒区 1 中。Bonnot 挤出机的各区温度设置如下: 区 1=149°C(300°F), 区 2=163°C(325°F), 区 3=177°C(350°F)。将泵和加热软管设定为 177°C(350°F)。将双螺杆挤出机中的六个区温度设定为: 区 1=37.8°C(100°F), 区域 2=37.8°C(100°F), 区 3=37.8°C(100°F)、区 4=160°C(320°F)、区 5=160°C(320°F)和区 6=160°C(320°F)。

用 KTRON F-7 型失重加料器将阻燃剂 EXOLIT IFR23 和 FR370 加入机筒区 3 中。在 HELICONE 树脂熔融系统中熔融增粘树脂 RE80HP，然后加入机筒区 5 中。HELICONE 罐温设定在 148°C(300°F)，泵和加热软管的温度设定为 162.8°C(325°F)。阻燃剂和增粘树脂的加料速度根据设定的 2.27 千克/小时(5 磅/小时)的封装压敏粘合剂 II 流速进行调节，以产生表 7 所示的配方中所需的重量份。

按上述方法混合该表层粘合剂后，不用分离，而是直接通过加热软管将其泵入 203.2 毫米(6 英寸)宽、温度设定在 160°C(320°F)的旋转模头中。以 0.125 毫米(5 密耳)的目标厚度将其直接涂覆在涂有硅氧烷的 55# 加密牛皮纸差粘剥离衬里上，产生粘合表层 O，然后将其绕成一卷。

制备混合的表层粘合剂和粘合表层 P:

将封装的压敏粘合剂 III 通过第一个 51 毫米的单螺杆挤出机(Bonnot)以 1.36 千克/小时(3 磅/小时)的速度送入一个螺杆速度为 300 转/分钟的 18 毫米同向双螺杆挤出机(Haake Micro 18，购自 Haake, Karlsruhe, Germany)的机筒区 1 中。Bonnot 挤出机的各区温度都设定为 121°C(250°F)。将泵和加热软管设定为 149°C(300°F)。将双螺杆挤出机中的各区温度都设定为 121°C(250°F)。

用失重加料器将阻燃剂 FR370 加入机筒区 3 中。将增粘树脂 RE80HP 放在 DYNAMELT S222-G29-24-ZN 熔融炉栅系统(购自 ITW Dynatec, Hendersonville, TN)中熔融，然后加入机筒区 5 中。上述熔融炉栅的温度设定为 148.9°C(300°F)，泵和加热软管的温度设定为 162.8°C(325°F)。阻燃剂和增粘树脂的加料速度根据设定的 1.36 千克/小时(3 磅/小时)的封装压敏粘合剂 III 流速进行调节，以产生表 7 所示的配方中所需的重量份。

按上述方法混合该表层粘合剂后，不用分离，而是直接通过加热软管将其泵入 203.2 毫米(6 英寸)宽、温度设定在 160°C(320°F)的旋转模头中。以 0.125 毫米(5 密耳)的目标厚度将其直接涂覆在涂有硅氧烷的 55# 加密牛皮纸差粘剥离衬里上，产生芯层 P，然后将其绕成一卷。

表 7

组分类型	组分	粘合剂组合物, 重量份	
		粘合表层 O	粘合表层 P
	Pkg.PSA II	100	
	Pkg.PSA III		100
增粘树脂	RE80HP	40	39
阻燃剂	EXOLIT IFR23	13.33	
	FR370	66.67	49

制备阻燃多层粘合带

从上述试样卷上分别切下约 1 米(39 英寸)长的粘合表层 O 和 P。小心地将 5 上述涂有硅氧烷的 55# 加密牛皮纸差粘衬里层合在每片试样的未涂覆一侧(侧面 2)上。然后将两侧都有衬里的试样通过一个以 180keV 加速电压和 6.1 米/分钟速度操作的电子束处理装置(ESI Electro Curtain)，每个侧面通过一次。每片试样的每个侧面接受了 8 兆拉德的测量电子束剂量。

在剥除衬里暴露出粘合表层 P 的一个侧面后，用一个 2 千克(4.5 磅)重的橡胶辊将上述暴露的侧面层合到一张用作芯层的 0.025 毫米(1 密耳)厚聚酯薄膜的 10 一个侧面上。按相似的方法，将粘合表层 O 层合到上述聚酯薄膜的另一侧面上，形成多层粘合带。

按 BMS5-133C 波音测试方法测试上述粘合带(无衬里)的重量、阻燃性和拉伸强度。该粘合带的厚度为 0.30 毫米(11 密耳)。

15

表 8

BMS 5-133C 试验, IV 型, 第 2 类	结果	要求
A. 最大重量, 盎司/码 ²	8.8	9.0
B. 阻燃性		
(a) 最大熄灭时间, 秒	12	15
(b) 最大燃烧长度, 英寸	5.5	8
(c) 最大下落物燃烧时间	0	5
C. 最小拉伸强度(a), 磅/英寸	29.5	30.0

(a) 用 2.54 厘米/分钟的十字头速度进行测量。

可以认为，在上述粘合带中使用较厚的聚酯薄膜可以提供拉伸强度要求的

粘合带。

实施例 1-3、6-12 的 T 型剥离粘合强度和 90°C 剥离粘合强度

在室温(RT)和 70°C 老化 72 小时后测试实施例 12、1-3 和 6-11 粘合带的 T 型剥离粘合强度。同时在室温和 70°C 老化 72 小时后测试上述粘合带对 BMS4-2 II 型波音地板(购自 M.C. Gill, El Monte, CA)的 90°剥离粘合强度。结果列于表 9 中。

表 9

实施例	对地毯背衬的 T 型剥离强度, kN/m(piw)		对波音地板的 90°剥离粘合强度, kN/m(piw)		
	室温	70°C 老化	室温	70°C 老化	70°C 老化试样的失败模式
1	0.11(0.6)	0.14(0.8)	1.04(5.89)	2.08(11.81)	粘合层和/或芯层长丝内聚
2	0.14(0.8)	0.16(0.93)	1.29(7.34)	2.2(12.5)	长丝状干净剥除
3	0.21(1.2)	0.21(1.2)	1.62(9.19)	2.66(15.1)	长丝状
6	0.14(0.8)	0.13(0.74)	0.57(3.21)	0.65(3.67)	干净剥除
7	0.25(1.4)	0.37(2.1)	0.93(5.28)	0.94(5.34)	干净剥除
8	0.07(0.4)	0.09(0.49)	1.32(7.51)	0.77(4.36)	芯层内聚开裂
9	0.14(0.8)	0.18(1.025)	0.46(2.59)	0.80(4.56)	干净剥除
10	0(0)	0(0)	0.30(1.72)	0.37(2.1)	干净剥除
11	0.14(0.8)	0.14(0.78)	0.53(3.0)	0.56(3.175)	干净剥除
12	0.14(0.78)	0.15(0.875)	0.38(2.16)	0.47(2.69)	干净剥除

在 90°室温剥离粘合试验中，所有的试样都从测试基底上干净地剥除，没有留下看得见的残余物。

从上述的数据可以看出，在 70°C 老化后实施例 1-3 对波音地板的粘合力值比室温时的粘合力值有明显的提高。由此认为，这表明了这些实施例比其它测试的实施例对基底有更好的湿透性。另外认为，实施例 1-3 提供了特别适用于使用后需剥除的通用安装粘合带。还认为，实施例 8 中减少纤维形成树脂的用量会提高芯层的内聚强度。

虽然已讨论和详细描述了本发明优选实施方式的特征，但可以认为本领域

中普通技术人员可以对所述的实施方式作变化。这些改进和变化也包括在权利要求书进一步说明的本发明范围和精神中。

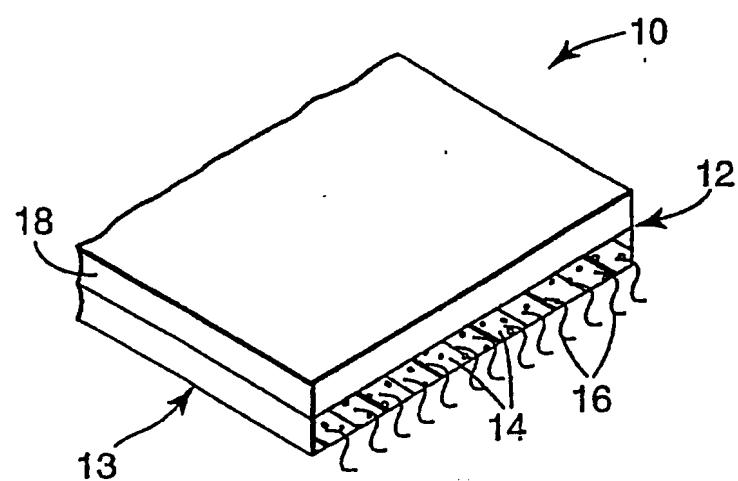


图 1

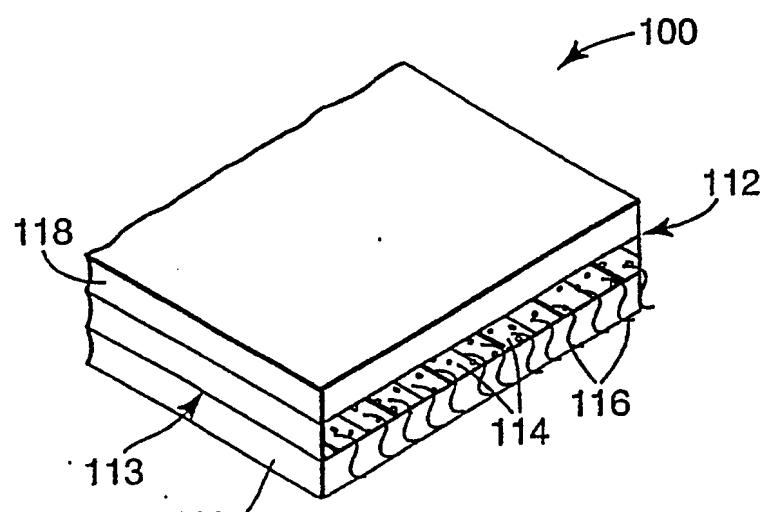


图 2

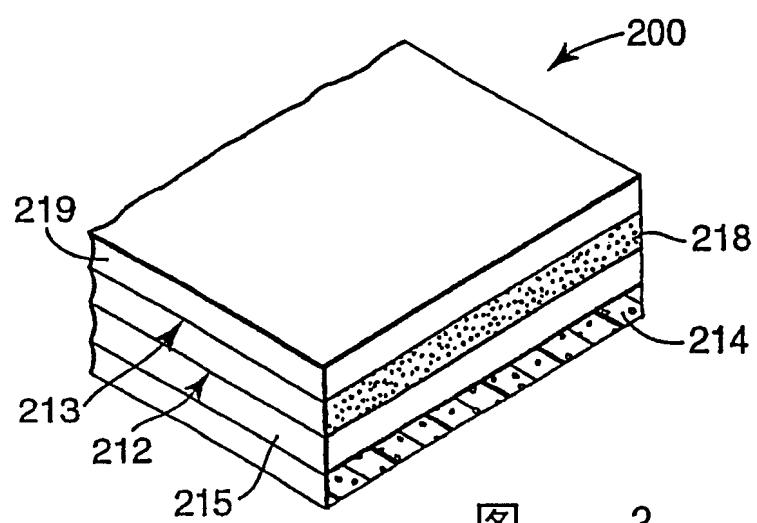


图 3

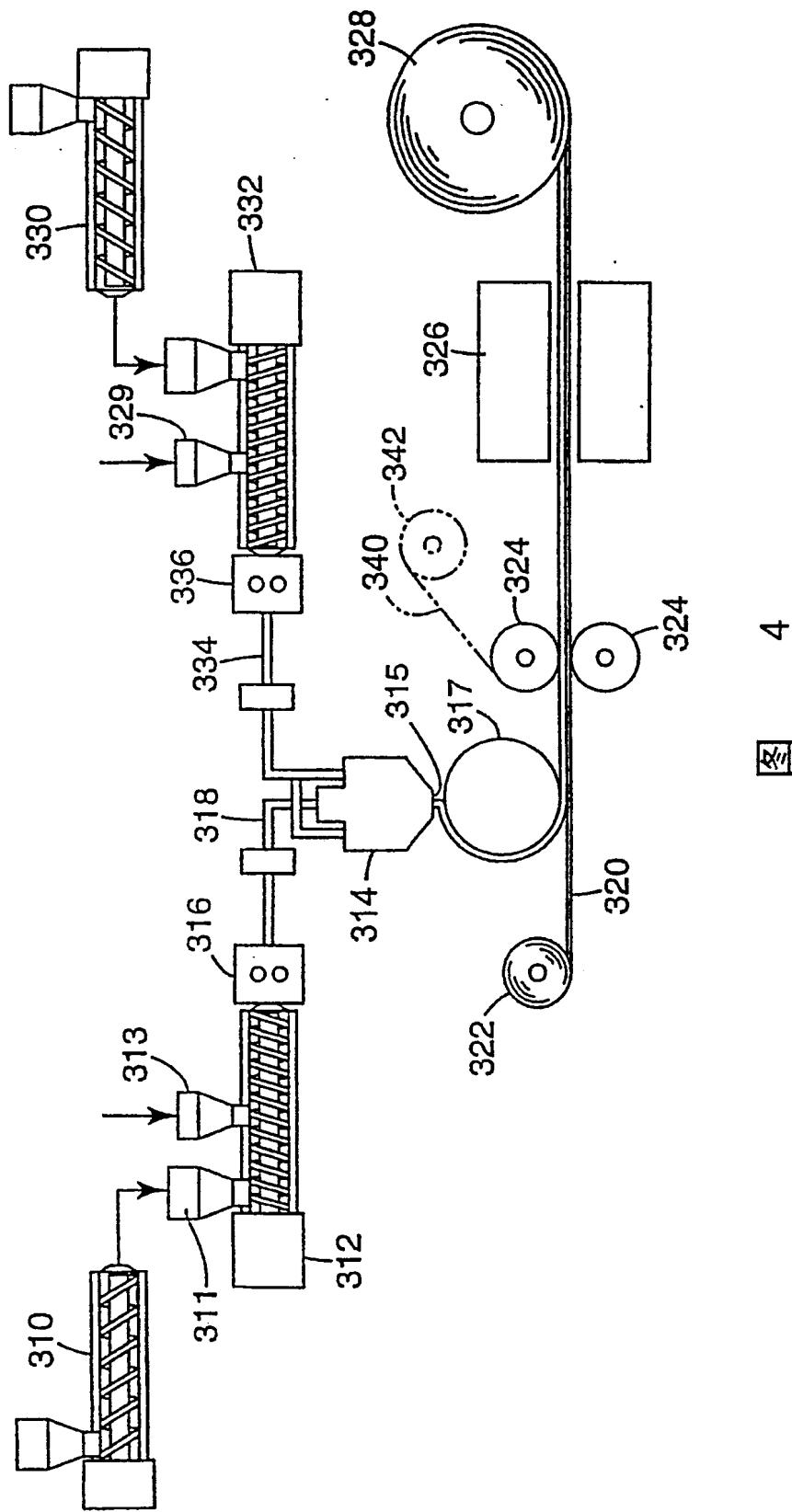


图 4

RESUMO US2003190464A1 11 A presente invenção fornece uma fita multicamada, compreendendo: uma primeira camada adesiva compreendendo um adesivo sensível à pressão; uma camada de núcleo tendo uma superfície externa, a primeira camada adesiva adherida a pelo menos uma porção da superfície externa; e material de reforço fibroso disperso dentro da camada central, o material de reforço fibroso conferindo propriedades de liberação de estiramento à fita. A fita pode compreender uma segunda camada adesiva em que a superfície externa compreende uma primeira superfície principal e uma segunda superfície principal, a primeira camada adesiva sendo adherida à primeira superfície principal e a segunda camada adesiva sendo adherida à segunda superfície principal. Um retardador de fogo pode ser disposto em qualquer uma da primeira camada adesiva, a segunda camada adesiva e a camada central. A fita pode ser removível de maneira limpa. O material de reforço fibroso compreende tipicamente microfibras viscoelásticas substancialmente contínuas tendo uma resistência ao escoamento e uma resistência à ruptura por tração, e a resistência à ruptura por tração é pelo menos cerca de 150% da resistência ao escoamento. 25 Noutro aspecto, as fitas da invenção podem ser formuladas para serem removíveis de forma limpa sem incluir nela material de reforço fibroso. A invenção também fornece um método para a fabricação da fita anterior, bem como um conjunto que compreende: um substrato; um tapete sobre o substrato; e uma fita de acordo com a invenção disposta entre o tapete e o substrato e aderindo o tapete ao substrato.

DESCRIPTION CN1268706C

10 Abstract The present invention provides a multilayer adhesive tape, which comprises: a first adhesive layer containing a pressure-sensitive adhesive; a core layer having an outer surface, and the first adhesive layer is adhered to at least a part of the outer surface; And a fiber reinforced material dispersed in the core layer, and the fiber reinforced material imparts tensile peelability to the adhesive tape. The adhesive tape also includes a second adhesive layer, the outer surface includes a first major surface and a second major surface, the first adhesive layer is bonded to the first major surface, and the second adhesive layer is bonded to the second On the main surface. The flame retardant may be placed in any of the first adhesive layer, the second adhesive layer, and the core layer. The adhesive tape can be peeled off cleanly. The aforementioned fiber reinforced material generally contains substantially continuous viscoelastic fibers having yield strength and tensile breaking strength, and the aforementioned tensile breaking strength is at least about 150% of the yield strength. On the other hand, the adhesive tape of the present invention may not contain fiber reinforcement but still be cleanly peelable. The present invention also provides a method for manufacturing the above-mentioned adhesive tape and an assembly including: a substrate; a carpet located on the substrate; and placed between the carpet and the substrate to bond the carpet to the substrate The above adhesive tape of the present invention.

24 Adhesive tape capable of being cleanly peeled off and its manufacturing method

25 The present invention relates to a clean peelable adhesive tape for bonding two substrates or for fixing floor coverings such as carpets on the substrate, in particular to a stretch-release adhesive tape and its manufacturing method

28 Background of the invention

29 Adhesive materials, including pressure sensitive adhesives (PSA), can be used in many applications and industries, such as the manufacture and installation of adhesive tapes, carpet adhesive tapes, etc. Some carpet adhesive tapes include a backing (such as a cloth backing or a film backing) and an adhesive layer coated on each major surface of the backing. The adhesives used in carpet adhesive tapes are generally pressure sensitive adhesives. This pressure-sensitive adhesive has (1) dry tack and permanent tack, (2) adhesion to the substrate and adherends (such as carpet backing) under no more than finger pressure, preferably (3) can be Peel off the adherend. Pressure-sensitive adhesive tapes, such as carpet adhesive tapes, provide strong adhesion to the substrate because it is not intended and necessary to separate the adhesive tape from the substrate. When the carpet needs to be removed, the pressure-sensitive adhesive carpet adhesive tape made of dry adhesive

04-08-2020 1

pressure-sensitive adhesive is difficult to peel from the substrate, and may damage the substrate or may leave sticky adhesive residue. The damage of the substrate is particularly problematic for the use of adhesive tape for aviation carpets where the cost of updating the substrate (such as the floor) is relatively high. In addition, during the use of the carpet, dirt is rolled into the carpet fabric, and gradually penetrates the carpet, and damages the adhesive tape under the carpet by forming nicks, cuts or small tears in the adhesive tape backing. When the carpet is removed later, damage to the backing may cause the adhesive tape to break, making it more difficult to peel off the substrate.

45 In order to be able to be removed from the substrate cleanly and conveniently after use, some pressuresensitive adhesives have been specially formulated, such as the adhesive used for Post-It brand peelable notes (purchased from 3M Company, USA) . However, these adhesives are not sufficiently tacky to provide sufficient fixing force required for carpet applications. Generally speaking, adhesives formulated to provide sufficient adhesion (such as to secure a carpet to a substrate) are difficult to peel off the substrate effortlessly.

50 US Patent 4,024,312 discloses a pressure-sensitive adhesive tape with high elongation, high elasticity, film backing, and usually tack. When stretched longitudinally in a direction substantially parallel to the sticking surface, this adhesive tape can be peeled off from the sticking surface. This film backing is made of a composition containing elastic and thermoplastic A-B-A block copolymers. The longitudinal elongation at break of the film backing is at least about 200%, and the 50% rubber modulus does not exceed 2000 pounds per square inch. It is said that such a low rubber modulus is an important factor to ensure easy stretchability and easy stripping of the adhesive tape under high stretchability. The elasticity of the backing is important for fit and other uses, and it is said that the elastic recovery rate is preferably at least 50%, preferably at least 75%, and more preferably at least 90%.

59 German patent application 3331016A1 discloses another adhesive tape for peelable adhesive bond (adhesive bond). This adhesive tape has high elasticity and low plasticity. Its adhesive strength is less than its cohesive strength, and when this film is stretched, its adhesive force basically disappears. The ratio of peel force to tear strength of this adhesive tape is about 1:2 or higher. When the film is stretched in the plane direction of the adhesive layer, the adhesive layer can be peeled off. This adhesive tape is used as a load-resistant

adhesive tape for bonding two rigid solid substrates. The bonded materials can be separated without damaging the substrate.

65 The pressure-sensitive adhesive described in U.S. Patent Application 09/764478 contains fiber reinforcement. This patent application describes the reinforcing effect of fibers on pressure sensitive adhesives to provide "stretch-peelable" properties. The fiber-reinforced adhesive composition contains a pressure-sensitive adhesive matrix and fiber-reinforced materials dispersed in the matrix. It is said that the fiber-reinforced adhesive composition provides higher cohesive strength than the pressure-sensitive adhesive itself, while the viscosity of the pressure-sensitive adhesive is not substantially reduced due to the presence of fibers.

71 In adhesive tape and other product applications, flame retardancy may be required. In some applications, flame retardancy is required in accordance with applicable regulations. For example, adhesive tapes in the electrical or electronic fields may directly contact current, short-circuit, and/or heat generated due to the use of related electronic components or electrical equipment. Therefore, industry standards or specifications require the use of such adhesive tape products to perform qualification tests such as combustion tests. For electrical and electronic applications, the industry standard flame retardancy test is the Underwriters Laboratories (UL 94 "Plastic Flame Retardancy Test Standard for Equipment and Device Parts"). For railway transportation, the industrial standards are ASTM E662 ("Specific Optical Density Test Method for Smoke Generated by Solid Materials") and ASTM E162 ("Flame Retardancy Test on Surface of Materials Using Radiation Energy").

04-08-2020 2

80 For aviation purposes, subsection (a)(1)(i) of the Federal Aviation Administration FAR §25.853 (July 1990) vertical combustion test test standard involves the crew cabin or passenger cabin, including internal ceilings and internal walls Boards, dividers, galley structures, large luggage racks, structural floors, and materials used to prepare cargo holds. FAR § 25.853 (July 1990) subsection (a)(1)(ii) relates to carpet adhesive tape, seat cushions, padding, decorative or non-decorative covering fabrics, leather, trays and kitchen utensils, electrical pipes, and heat insulation Sound insulation and breathable coverings, joints and edge coverings, etc. In accordance with FAR § 25.853 (July 1990) subsections (a)(1)(i) and (a)(1)(ii) of the vertical combustion test procedures, the materials used for this purpose must be able to automatically Extinguished. Another industry standard besides railway transportation and aviation use is Boeing Technical Specification Support Standard BSS 7239 ("Test Method for Toxic Gas Generated When Materials Burn"). The standard requires analysis of combustion gas and specifies the concentration limit of toxic gas. The aforementioned poisonous gases currently include HCN, NOx, CO, HCl, HF, and SO2.

92 Specifically, the carpet adhesive tapes used in aviation are currently defined by Boeing Material Technical Regulation BMS 5-133C, and are classified according to the following standards:

94 Class II Class 1—Maximum weight is 16 ounces/square yard, white;

95 Class II Class 2—Maximum weight is 16 ounces/square yard, black;

96 Class III—The maximum weight is 24 ounces/square yard, white;

97 Class IV Class 1—Differential viscosity, the maximum weight is 5.0 ounces/square yard, the second side is black;

99 Class IV Class 2—Differential viscosity, maximum weight is 9.0 ounces/square yard, the second side is black.

100 This technical specification lists different types of key tests and their requirements. This technical specification includes weight, flame retardancy, tensile strength, peel strength, lap shear tested according to FAR § 25.853 (July 1990) (a) (1) (i) subsection (12-second vertical burning test) Strength, corrosiveness to aluminum and peeling of the lining.

104 In order to meet the mandatory requirements in these applications, adhesive tapes and other products can be made of natural refractory materials and processed or man-made materials that impart flame retardancy or fire resistance by adding flame retardants. The carpet adhesive tape currently used in the aviation field uses antimony trioxide and polybrominated biphenyl flame retardants, especially decabromodiphenyl ether (deca-BDE). However, since July 1, 2003, European authorities have recommended the ban on the use of certain polybrominated biphenyls. These prohibitions require redesigned and formulated adhesive tapes. Also in Europe, a directive on waste electrical and electronic equipment was put forward to gradually stop using halogenated flame retardants and some other materials before January 2004.

112 Two key factors are urgently needed to invent improved flame-retardant carpet adhesive tapes for the aviation industry.

1.

117 Environmental regulations require an acceptable flame retardant system; and

2.

121 It can effectively improve the peeling method, eliminate the damage to the floor substrate and cleanly peelable

04-08-2020 3

adhesive tape without leaving adhesive residue.

123 Adhesive tapes that can be cleanly stripped can reduce the cost of the aviation industry and reduce or eliminate the need to use solvents to strip adhesive residues.

125 Eventually, flame-retardant carpet adhesive tapes will be required to meet new environmental regulations adopted in Europe and around the world.

127 Therefore, there is a need to provide a pressure-sensitive adhesive tape and a manufacturing method thereof.

128 More specifically, there is a need to provide a multi-layer pressure sensitive adhesive tape, such as a double-sided adhesive tape, that can be easily and cleanly peeled off the substrate without leaving a large amount of adhesive residue. There is a particular need to provide a flame-retardant pressure-sensitive adhesive tape that can be stripped from a substrate by a stretch-peel method and meets government and/or industrial flame retardancy regulations.

133 Summary of the invention

134 One aspect of the present invention provides a multilayer adhesive tape, which comprises: a first adhesive layer containing a pressure-sensitive adhesive; a core layer having an outer surface, and the first adhesive layer is adhered to at least a part of the outer surface. And a fiber reinforced material dispersed in the core layer, the fiber reinforced material imparts tensile peelability to the adhesive tape.

138 The adhesive tape of the present invention may include a second adhesive layer, the above-mentioned outer surface includes a first major surface and a second major surface, the first adhesive layer is bonded to the first major surface, and the second adhesive layer is bonded to the onto the second major surface. The abovementioned first and second adhesives may be selected from the following materials: acrylic polymers, polyurethanes, thermoplastic elastomers, block copolymers, polyolefins, silicone rubbers, rubber adhesives, acrylic adhesives and rubber adhesive blends and their mixtures. The flame retardant can be placed in any of the first adhesive layer, the second adhesive layer and the core layer. The flame retardant is selected from antimony-free flame retardants and polybrominated biphenyl-free flame retardants, foaming flame retardants, and their mixtures. The aforementioned adhesive tape may also contain a synergist.

147 In order to pass (1) FAR§25.853 (July 1990), 12-second vertical burning test; (2) FAR§25.853 (July 1990), 60-second vertical burning test; (3) UL-94V-2 classification ; (4) ASTM E162 with a maximum flame spread index of 35; (5) ASTM E622 with a specific optical density of 100 maximum (1.5 minutes) and 200 maximum (4.0 minutes) for maximum combustion and non-combustion types; (6) Except for stretching BMS 5-133 issued on September 29, 1993; or (7) BSS 7239, the adhesive tape is prepared with the above flame retardant. The adhesive tape can be cleanly peeled off. The aforementioned fiber reinforced materials generally include substantially continuous viscoelastic microfibers having yield strength and tensile breaking strength, and the tensile breaking strength is at least about 150% of the yield strength. The aforementioned viscoelastic microfibers can be selected from polyolefin resin homopolymers, copolymers, terpolymers or quaternary copolymers, and mixtures thereof. Other possible features will be described below.

157 When describing the features of the present invention, some terms are explained in a manner consistent with the usage of those of ordinary skill in the art. These explanations are illustrative, not restrictive, and have the following meanings:

160 "Substantially continuous" when used to describe fibers means that for a sample of the bonding composition that is at least 0.5 cm long oriented in the machine direction, most of the fibers in the sample are not broken.

162 "Foamable flame retardant" means that when coated or added to combustible materials, it can reduce or eliminate the tendency of the material to catch fire when exposed to heat or flame, resulting in scorching and

04-08-2020 4

releasing non-combustible gases to form It can protect the carbonized material of the surrounding matrix, cut off the oxygen supply and prevent the foaming material from dripping. Foaming flame retardants generally include acid sources, char-forming agents and foaming agents.

167 "Flame retardant" refers to a substance that, when coated or added to a combustible material, can reduce or eliminate the tendency of the material to catch fire when exposed to heat or flame.

169 "Cleanly peelable" refers to the characteristic of an adhesive product that when the adhesive product is pulled away from a substrate surface at a speed of not more than 30 cm/min, the adhesive product is separated from the surface and not on the surface. A visible residue is left on the surface (excluding fading).

172 "Stretch release" refers to the characteristic of an adhesive product that when the adhesive product is pulled away from one or two surfaces at a speed of not more than 30 cm/min and an angle of not more than 45°, The adhesive article is released from at least one surface of the substrate.

175 Another aspect of the present invention provides a flame-retardant multilayer carpet adhesive tape, which includes: a first adhesive layer containing a first pressure-sensitive adhesive; a second adhesive layer containing a second pressure-sensitive adhesive The core layer placed between the first adhesive layer and the second adhesive layer; the flame retardant placed in at least one layer of the first adhesive layer or the second adhesive layer, the flame retardant is substantially free of Antimony and polybrominated biphenyls; and the adhesive tape can be cleanly peeled off.

181 The flame retardant in this aspect of the invention may be selected from foaming flame retardants, brominated phosphate flame retardants, and mixtures thereof. The various features of the first and second pressure sensitive adhesives and the core layer are as described above.

184 A third aspect of the present invention provides a method for manufacturing an adhesive tape, which includes: providing a core layer having an outer surface; coating a first adhesive layer on at least a part of the outer surface, the first adhesive layer Containing a pressure-sensitive adhesive; and one or both of the core layer and the first adhesive layer contain a fiber reinforced material that imparts tensile peelability to the adhesive tape. The outer surface of the core layer generally includes a first major surface and a second major surface, and the first adhesive layer is coated on the first major surface. The method also includes coating a second adhesive layer on the second major surface. The remaining various characteristics obtained by the above method are as described above.

192 The fourth aspect of the present invention provides a method for manufacturing an adhesive tape, which includes: providing a core layer having an outer surface; coating a first adhesive layer on at least a part of the outer surface, the first adhesive layer contains a first pressure-sensitive adhesive; and at least one of the first adhesive layer or the core layer also contains a flame retardant selected from the group consisting of antimony-free flame retardants, non-polybrominated biphenyls, and foaming resistance Combustion agents and flame retardants of their mixtures, the core layer and the first adhesive layer give the adhesive tape clean peelability. The outer surface includes a first main surface and a second main surface. The coating of the first adhesive layer includes coating the pressure-sensitive adhesive on the first main surface. The method further includes coating the second adhesive layer. On the second main surface. In this aspect of the present invention, the various features of the adhesive tape produced by the above method are as described above.

202 In the above manufacturing method, at least one of the core layer and the first adhesive layer or the second adhesive layer is generally manufactured by an extrusion method, and these layers may also be co-extruded. Before use, the adhesive tape prepared as described above is generally exposed to a radiation source to crosslink at least one of the core layer, the first adhesive layer or the second adhesive layer.

04-08-2020 5

206 A fifth aspect of the present invention provides an assembly, which includes: a substrate; a carpet on the substrate; and a carpet placed between the carpet and the substrate to bond the carpet to the substrate. The adhesive tape of the present invention.

209 The present invention also includes multilayer products, such as multilayer adhesive tapes or adhesive sheets, adhesive transfer tapes, single-sided adhesive tapes, double-sided adhesive tapes, double-sided adhesive tapes with different adhesive properties, Substrate directly coated with adhesive. The aforementioned adhesive tape may include a pull tab.

213 Other features and advantages of the present invention can be clearly understood from the following description of the preferred embodiments and claims.

215 Brief description of the drawings

216 When describing various features of the preferred embodiments, reference is made to different drawings, in which the same reference numerals indicate the same features.

218 Figure 1 is a perspective view showing the adhesive tape of the present invention;

219 Figure 2 is a perspective view showing another adhesive tape of the present invention;

220 Figure 3 is a perspective view showing the third aspect of the adhesive tape of the present invention;

221 Fig. 4 is a schematic diagram of an extrusion processing route suitable for manufacturing the adhesive tape of the present invention.

223 Detailed description of preferred embodiments

224 The present invention provides a clean peelable adhesive tape that can be used as an adhesive tape and an installation tape, such as a carpet adhesive tape. The multi-layer structure provides stretch release to the adhesive tape, which is easy to peel from the substrate without leaving obvious residue on the surface of the substrate. This adhesive tape includes a core layer and at least a first adhesive layer bonded to at least a part of the core layer. This adhesive tape may be a single-sided tape or a double-sided tape. Single-sided tape is an adhesive tape that has adhesiveness on only one surface. Double-sided tape is an adhesive tape with adhesiveness on both sides.

231 The first adhesive layer is provided on at least a part of the first main surface of the core layer as a surface layer adhesive, and the other main surface of the core layer is given its own unique adhesiveness. Alternatively, the second adhesive layer may be provided on a part of the core layer as another surface layer adhesive. This adhesive may be the same as or different from the adhesive in the first adhesive layer. The adhesive tape of the present invention can be a double-sided tape with adhesive on both sides of the core layer, so that the adhesive tape can be bonded to two different surfaces at the same time, such as products (such as carpet backing) and substrates (such as floors). .

238 In order to provide tensile release properties, fiber reinforcement may be dispersed in the core layer, the adhesive layer, or both. The adhesive tape of the present invention includes a core layer and a flame retardant dispersed in the adhesive layer or at least one of the core layers. The flame retardant most needed in the present invention is that it does not contain antimony or polybrominated biphenyls (such as pentabromodiphenyl ether (penta-BDE), octabromodiphenyl ether (octa-BDE), and decabromodiphenyl ether). Phenyl ether (deca-BDE) flame retardant.

244 Referring to the drawings, the first embodiment of the adhesive tape 10 of the present invention is shown in FIG. 1. The adhesive tape includes a sheet-shaped core layer 14. The core layer has a first major surface 12 and a second major surface 13 opposite to the first major surface 12. The main surface of the core layer 14 is generally smooth, but one or both main surfaces of the adhesive tape 10 may be provided with texture or

04-08-2020 6

surface structure. In the above-mentioned embodiment, the core layer 14 contains many viscoelastic microfibers and/or elastic microfibers 16 oriented along the manufacturing process direction of the adhesive tape. When the adhesive tape 10 is bonded to one surface, the microfibers 16 provide the core layer 14 and the adhesive tape 10 with tensile release properties. The first adhesive layer 18 is adhered to at least a part of the first major surface 12 of the core layer 14. The first adhesive layer 18 generally contains a pressure sensitive adhesive (usually as a surface layer adhesive), but other types of adhesives may also be used. When preparing the first adhesive layer 18, additional microfibers (not shown) can also be added as needed to further improve the tensile peelability of the adhesive tape through reinforcement, especially if the adhesive tape is thinner (less than 0.25 mm (10 mils)) or when the adhesive layer has high adhesion to the adhesive surface.

257 The core layer 14 may be adhesive, so that the second major surface 13 of the core layer 14 has adhesiveness suitable for the desired use of the adhesive tape product. The viscosity of the second major surface 13 is generally different from that of the first adhesive layer 18. In the application of carpet adhesive tape, the adhesiveness of the first adhesive layer 1 is generally formulated to have strong adhesion to the floor or other substrates, while the adhesiveness on the second main surface 13 of the core layer 14 is formulated to be used for carpet backing. The material has sufficient adhesion. Moreover, the adhesion between the carpet and the second main surface 13 is generally weaker than the adhesion between the first adhesive layer 18 and the floor or other substrate.

265 The adhesive tape 10 may also include a pull tab (not shown), so that the adhesive tape 10 can be peeled from the substrate in the direction of the oriented microfiber 16 (ie, the processing direction) by pulling the pull tab. In order to peel off the stretch-release adhesive tape of the present invention from between two substrates, the adhesive tape or pull tab is generally pulled up in a direction substantially parallel to the two surfaces to pull the adhesive tape. For the carpet adhered to the floor, the carpet or other material is removed from the second main surface 13 of the adhesive tape 10, and then the carpet or other adherend material is peeled off the adhesive tape. The adhesive tape 10 is still adhered to the floor along the first major surface 12 through the first adhesive layer 18. Then, the adhesive tape 10 is pulled along the processing direction at an angle of about 20°-45° with respect to the floor surface, and the adhesive tape is peeled off the floor. Or when a carpet or other material is pulled from the floor surface, the layers of the adhesive tape 10 are separated from each other, leaving a part of the adhesive tape 10 that can be peeled from the above-mentioned material and the substrate by a stretch peeling method.

277 During the stripping process, a certain force is applied to the adhesive tape in a direction substantially parallel to the surface of the floor or other substrate. The method of applying the peeling force may be to grasp the end of the aforementioned pull tab or adhesive tape, and then pull the adhesive tape in the aforementioned direction. When a force sufficient to overcome the initial yield strength is applied, the backing layer or core layer will deform. When containing viscoelastic microfibers, the adhesive tape first deforms and then yields with the elongation and orientation of the microfibers, thereby undergoing strain hardening. In addition, the orientation caused by stretching further debonds the adhesive layer. Stretching can significantly thin the adhesive tape where the adhesive pulls away from the substrate. The thinning of the adhesive tape significantly reduces the force required to peel the adhesive tape from the substrate. Pulling the adhesive tape away from the substrate at an angle of about less than 45° helps peel the adhesive tape from the laminate. In some aerospace applications, the substrate may be a fiber-reinforced composite laminate or board. Pulling off the adhesive tape from the substrate at the above angle significantly reduces the possibility of delamination on the surface of the board due to peeling off the adhesive tape. Sex. After peeling off the adhesive tape, the above

291 Fig. 2 shows another embodiment of the adhesive tape 100 of the present invention, which will now be described. The adhesive tape 100 includes a core layer 114 having a first main surface 112 and a second main surface 113, and the core layer 114 contains many microfibers 116. The first adhesive layer 118 is adhered to the first main surface 112 of the core layer 114, and the second adhesive layer 120 is adhered to the second main surface 113 of the core layer 114. In this structure, the core layer 114 need not be formulated as an adhesive. Generally, the first adhesive layer 118 and the second adhesive layer 120 are provided as surfacesensitive adhesives, and these adhesive surface layers may be the same or different. The adhesive layers 118 and 120 are bonded to at least a part of the main surfaces 112 and 113 of the core layer 114, and these adhesives may include microfibers and various adhesives that will be further described.

300 FIG. 3 shows another embodiment of the flame-retardant, cleanly peelable carpet adhesive tape 200 of the present invention. The adhesive tape 200 includes a first adhesive layer 214, a core layer 215, a second adhesive layer 218, and a release liner 219. The core layer 215 is located between the first surface 212 of the first adhesive layer 214 and the second adhesive layer 218. The release liner 219 is adjacent to or overlaps the second surface 213 of the second adhesive layer 218. In this structure, the first adhesive layer 214 and the second adhesive layer 218 are formulated as a pressure sensitive adhesive. One or both of the first adhesive layer 214 and the second adhesive layer 218 may contain antimony-free or polybrominated biphenyl-free flame retardants. The flame retardant generally contains a foaming flame retardant, a brominated phosphate flame retardant, and a mixture thereof. The second adhesive layer 218 and the first adhesive layer 214 may contain various materials which will be further described. By selecting the materials used in this embodiment, it is possible to manufacture the adhesive tape 200 that can be cleanly peeled off, but is not necessarily the aforementioned stretch-peelable adhesive tape 200. Although not shown, another release liner similar to the release liner 219 may be connected to the first adhesive layer 214.

313 Suitable materials for the core layer 215 include many materials described in this application, such as polymer films. Alternatively, the core layer 215 may be a woven or non-woven material, cloth, scrim, metal foil, or the like. The core layer 215 may be elastic or viscoelastic, or it may not be elastic or viscoelastic. Generally, the core layer contains flame retardants or is flame retardant itself. The thickness of the core layer 215 is generally about 0.0125 microns (0.0005 inches) to 0.625 mm (0.025 inches), preferably 0.0125 microns (0.0005 inches) to 0.125 mm (0.005 inches), more preferably 0.0125 microns (0.0005 inches) to 0.051 mm (0.002 inches). The above-mentioned cleanly peelable flame-retardant carpet adhesive tape can be manufactured by any known adhesive tape manufacturing method, such as hot melt coating method and solvent coating method such as coating method, laminating method, hot melt Extrusion method, etc. By selecting the materials used in the core layer 215 and the surface layer adhesives 214 and 218 of the adhesive tape 200, they are compatible with each other and provide the clean peelable adhesive tape of the present invention. If the microfiber forming resin is included in any layer of the adhesive tape 200, the microfiber-containing layer can be processed in a manner that microfibers are generated on site. If the adhesive tape 200 contains microfibers, the tensile peeling mechanism described in this application can be used to make the adhesive tape cleanly peelable. However, it should be clear that the adhesive tape

200 can be peeled off cleanly even if there are no microfibers in any of the layers. In addition, the adhesive tape 200 that can be cleanly peeled off need not be stretch-peelable.

330 The adhesive surface layer used in the present invention can be coated on the surface of the core layer in a continuous or discontinuous manner. One or more adhesives can be used in an adhesive surface layer. For

04-08-2020 8

example, the first adhesive may be coated on the surface of the core layer in a pattern, and then the second adhesive may be coated on the surface portion without the first adhesive. Alternatively, the second adhesive may be applied in a pattern on the continuous coating of the first adhesive. The aforementioned adhesives are generally pressure-sensitive adhesives, and most preferably hot-melt pressure-sensitive adhesives. A release liner can optionally be covered on the adhesive to provide protection before bonding to the substrate. It should be understood that other layers and/or structures may be coated or fixed on at least a part of one of the main surfaces of the core layer.

339 Many materials can be used to make the core layer of the adhesive tape of the present invention. For example, polymer resins can be used, including adhesives and their blends. Thermoplastic polymers and binders suitable for use as the core layer include plastic polymers and binders that are compatible but immiscible with the fiber reinforcement. Two or more polymers with different chemical compositions can be blended. Changing the types of components used in the adhesive tape and changing their relative concentrations can optimize the physical properties of the resulting core layer. Generally, a specific resin is selected according to the required properties of the stretch-release adhesive tape product. The core layer generally contains one or more of the flame retardants described in this application, and can also be treated with tackifiers, binders, antistatic agents, etc. to provide other properties.

348 The general criteria for designing a universal adhesive tape that can be stretched and peeled off cleanly include: (1) a breaking strength greater than the adhesion to the substrate, so that the adhesive tape will not break during the peeling process; (2) about Shore A hardness less than 60, preferably less than 50, more preferably less than 45; (3) The surface layer adhesive is preferably not delaminated from the core layer; (4) The adhesive tape should be cleanly peelable from a pair of substrates (5) When the stretch-release adhesive tape contains viscoelastic microfibers, the tensile breaking strength of the adhesive tape should be at least 150% of the yield strength, and the elongation should be greater than 200%. The recovery rate after 100% stretching is less than 50%. When the stretch release adhesive tape contains elastic fibers, its elongation rate is greater than 200%, and the recovery rate after stretching 100% is greater than 50%; (6) For stainless steel Or the 90° peel adhesion force of glass is generally greater than about 0.176 kN/m (1 pound/inch), preferably greater than 0.352 kN/m (2 pounds/inch), and more preferably greater than 0.528 kN/m (3 pounds/inch).

359 When the stretch-release adhesive tape is a carpet adhesive tape, its criteria include (1) a cleavage strength greater than the adhesion to the substrate, so that the adhesive tape will not break during the peeling process; (2) about less than 60, preferably less than 50, more preferably less than 45 Shore A hardness; (3) The surface layer adhesive is preferably not

delaminated from the core layer; (4) The adhesive tape should be peeled off cleanly and should be stretched and peeled from the floor (5) When the stretch-release adhesive tape contains viscoelastic microfibers, the tensile breaking strength of the adhesive tape should be at least 150% of the yield strength, and the elongation should be greater than 200%, and after stretching 100% The recovery rate is less than 50%. When the stretch release adhesive tape contains elastic fibers, its elongation rate is greater than 200%, and the recovery rate after stretching 100% is greater than 50%; (6) 90° to stainless steel or glass The peel adhesion force is generally greater than 0.352kN/m (2 pounds/inch), preferably greater than 0.704kN/m (4 pounds/inch), more preferably greater than 1.056kN/m (6 pounds/inch); (7) at least 10,000 The minimum room temperature static shear force within minutes is 250 grams/square inch; (8) It is optionally flame retardant.

372 The standards for clean-peelable flame-retardant carpet adhesive tape in the aviation field include: (1) Meet the requirements of Boeing Material Technical Specification BMS 5-133 revised on September 29, 1993; (2)

04-08-2020 9

No antimony flame retardant Flame retardants and/or polybrominated biphenyl flame retardants or other flame retardants that are not acceptable to the environment. In the case that the flame-retardant carpet adhesive tape that can be cleanly peeled off can also be stretched off, the adhesive tape needs to meet all the requirements of BMS 5-133C except for tensile strength.

378 A group of polymers that can be used to make the core layer includes acrylate and methacrylate polymers and copolymers and their mixtures. These polymers can be prepared by polymerizing one or more non-tertiary alkyl alcohol acrylate or methacrylate monomers. The aforementioned alkyl group contains 1-20 carbon atoms, such as 3-18 carbon atoms. Suitable acrylate monomers include methyl acrylate, ethyl acrylate, n-butyl acrylate, lauryl acrylate, 2-ethylhexyl acrylate, cyclohexyl acrylate, isoctyl acrylate, stearyl acrylate, nonyl acrylate Esters, decyl acrylate, and dodecyl acrylate. The corresponding methacrylates can also be used. Aromatic acrylates and methacrylates, such as benzyl acrylate, are also suitable.

385 Optionally, one or more monoethylenically unsaturated comonomers can be polymerized with acrylate or methacrylate monomers. The amount of comonomer depends on the required properties of the polymer. One class of useful comonomers includes those monomers that have a homopolymer glass transition temperature greater than the glass transition temperature of an acrylate homopolymer. Examples of suitable comonomers in this category include acrylic acid, acrylamide, methacrylamide, substituted acrylamides such as N,N-dimethylacrylamide, itaconic acid, methacrylic acid, acrylonitrile, methacrylonitrile, Vinyl acetate, Nvinylpyrrolidone, isobornyl acrylate, cyanoethyl acrylate, N-vinylcaprolactam, maleic anhydride, hydroxyalkyl acrylate, N,N-dimethylaminoethyl (meth)acrylate Ester, N,N-diethylacrylamide, βcarboxyethyl acrylate, neodecanoic acid, neononanoic acid, pivalic acid, 2-ethylhexanoic acid, or vinyl ester of propionic acid, vinylidene chloride , Styrene, vinyl toluene, and alkyl vinyl ether.

395 Another category of monoethylenically unsaturated comonomers that can be polymerized with acrylate or methacrylate monomers includes those monomers that have a homopolymer glass transition temperature lower than that of an acrylate homopolymer. Examples of such suitable comonomers include ethoxyethoxyethyl acrylate ($T_g = -71^\circ\text{C}$) and methoxypolyethylene glycol 400 acrylate (T_g is -65°C ; from Shin Nakamura Chemical Co., Ltd. Obtained under the trade name "NK Ester AM-90G") and its mixtures.

400 Another type of polymer suitable for the core layer includes polymers that are not miscible with acrylic polymers but are compatible with them. Examples thereof include semi-crystalline polymer resins such as polyolefins and polyolefin copolymers (for example, based on monomers having 2 to 8 carbon atoms, such as low density polyethylene, linear low density polymers, ultra-low density polyethylene, Metallocene polyethylene copolymers, terpolymers and quaternary copolymers; atactic polypropylene, amorphous polypropylene and isotactic polypropylene blends, ethylene-propylene copolymers, etc.), polyester And copolyester, polyamide and copolyamide, fluorinated homopolymer and copolymer, polyalkylene oxide (such as polyethylene oxide and polypropylene oxide), polyvinyl alcohol, ionomer (such as alkali Neutralized ethylene-methacrylic acid copolymer), and cellulose acetate and mixtures thereof. Examples of other polymers that are immiscible in acrylate include amorphous polymers with solubility parameters (measured according to Fedor's technique) less than 8 or greater than 11, such as polyacrylonitrile, polyvinyl chloride, thermoplastic polyurethane, aromatic epoxides, poly Carbonate, amorphous polyester, amorphous polyamide, acrylonitrile-butadiene-styrene (ABS) copolymer, polyphenylene ether alloy, ionomer (for example, salt-neutralized ethylene-methacrylic acid copolymer), fluorinated elastomer, and polydimethylsiloxane and their mixtures.

415 Another type of polymer suitable for the core layer includes thermoplastic elastomers containing ultraviolet

04-08-2020 10

radiation-activated groups. Examples thereof include polybutadiene, polyisoprene, polychloroprene, random and block copolymers of styrene and diene (for example, SBR), and ethylene-propylene-diene monomer rubber and its mixture.

419 Another type of polymer suitable for the core layer includes pressure sensitive and hot melt adhesives prepared from non-photopolymerizable monomers. These polymers may be adhesive polymers (that is, polymers that are adhesives themselves), or polymers that are not adhesives but can form pressure-sensitive adhesive compositions when mixed with a tackifier. Specific examples include poly α -olefins (such as polyoctene, polyhexene, and atactic polypropylene), tackified block copolymer-based adhesives, natural and synthetic rubbers, polysiloxanes, ethylene-Vinyl acetate, polyurethane, and epoxy-containing structural mixtures (for example, epoxy-acrylate and epoxy-polyester mixtures) and mixtures of the foregoing.

426 As described above, the core layer includes a large number of elastic microfibers, viscoelastic microfibers, or a mixture thereof. These microfibers reinforce the core layer while also providing the adhesive tape with tensile release properties. Elastic microfibers, viscoelastic microfibers, or their mixtures can also optionally be added to the core layer and

the bonding surface layer at the same time. These microfibers are formed in situ from the polymer resin during the manufacture of the core layer. Suitable microfibers include those made according to the method described in pending U.S. Patent Application 09/764478 (hereby incorporated by reference in its entirety).

433 In a specific embodiment, these reinforcing microfibers are viscoelastic and comprise semi-crystalline polymers (for example, having both amorphous and crystalline domains). Specific examples containing semi-crystalline polymers include polycaprolactone (PCL), polybutene (PB), copolymers prepared from ethylene and at least one other α -olefin monomer (e.g., copolymer (ethylene-1-olefin)) And copolymerization (ethylene-1-olefin-1-olefin)), such as from Dow Chemical Co. under the trade name ATTANE4202 Purchased ultra-low density polyethylene with a density of less than 0.915 g/cm³, such as the ENGAGE series metallocene copolymers purchased from Dupont-Dow Elastomers, or the metallocene polyolefins with the trade names of EXACT 3024, 3040 and 3139 (Purchased from ExxonMobil Company), linear low-density polyethylene (for example, with a density between 0.915 and 0.94 g/cm³, from ExxonMobil Company under the trade names LL-3003, ECD-125, 377D60, 369G09, 363C32, 361C33, 357C32, 350D65, 350D64, 350D60, LL-3013, and LL-3001), and under the trade name DOWLEX from Dow Chemical Co. Materials obtained.

445 In other embodiments, the reinforcing microfibers are elastic. Examples of suitable elastic reinforcing microfibers include thermoplastic elastomers (such as thermoplastic elastomers containing polyurethane), synthetic block copolymers, and mixtures of the above materials.

448 Viscoelastic reinforced microfiber materials generally have a measurable yield strength. In certain embodiments, the yield strength of the reinforced material is less than about 30 MPa. The tensile breaking strength of the viscoelastic reinforced microfiber material is usually at least about 150% of its yield strength. In a specific embodiment, the tensile breaking strength of the reinforced microfiber material (measured in accordance with ASTM D 882-97 at a crosshead speed of 12 inches/min (30 cm/min)) is higher than that of the surface adhesive and/ Or the tensile breaking strength of the core layer. The elastically enhanced microfiber material should have a recovery rate greater than about 50% after 100% elongation. The melting point of the reinforced microfiber material should be higher than the use temperature of the surface layer adhesive composition, and higher than the storage temperature of the adhesive composition or any adhesive tape made therefrom.

04-08-2020 11

458 Most typically, the reinforcing microfiber material in the adhesive layer and/or the core layer is in the form of substantially continuous fibers. In particular, according to one aspect of the present invention, the microfibers can be at least about 0.5 cm, preferably at least about 2 cm, in the processing direction of the adhesive layer or core layer, and remain unbroken. In other suitable embodiments, the substantially continuous microfibers can be continuous at least about 5 cm, preferably at least about 8 cm. According to another aspect of the present invention, the substantially continuous microfibers generally have a maximum diameter of about 0.05 to 5 microns, with a typical value of about 0.1 to 1 microns. According to another aspect of the present invention, the aspect ratio (ie, the ratio of length to diameter) of the substantially continuous microfibers is greater than about 1,000. The polymer material of the

core layer accounts for about 80 to 50% by weight of the adhesive tape, and the fiber reinforcement material accounts for about 20 to 50% by weight of the adhesive tape. When the amount of the reinforcing fiber material is about 40 to 50% by weight of the final adhesive tape product, the adhesive tape may have lower cleavage strength or weaker adhesion between the core layer and the surface layer. This provides another peeling method by cracking the adhesive tape and separately stretching and peeling each part. This stripping method is advantageous when the adhesive tape is used between two large surfaces.

473 It has been found that a stretch release chemical material suitable for the present invention includes specific homopolymers, copolymers, terpolymers, and quaternary copolymers of polyolefin resins (including polyoctene-ethylene and/or polyolefin resins). Hexene-ethylene copolymer etc.) viscoelastic microfibers. The microfibers are formed in situ during the manufacturing process, so that the adhesive tape and/or adhesive material can be stretched when peeled from the substrate, strain hardened and peeled, without breaking. Generally, copolymers of ethylene and C3-C10 are suitable for use in the present invention, but it is not limited thereto. The above-mentioned polyoctene-ethylene and/or polyhexene-ethylene copolymers are compatible but not miscible in many acrylic and rubber/resin-based block copolymer adhesives, and can be extruded in the twin-screw described herein Mix in the machine to form microfibers in situ.

482 In certain applications such as aviation, flame retardancy can be imparted to the adhesive tape of the present invention. Flame retardants suitable for adding to the adhesive tape of the present invention include foaming flame retardants and/or non-foaming flame retardants, and antimony-free flame retardants. The flame retardant can be added to any layer of the adhesive tape of the present invention. However, flame retardants are generally present in the core layer and the adhesive surface layer. The content of the flame retardant in the core layer and the adhesive surface layer is about 20-60% by weight, based on the total weight of the adhesive tape. If the flame retardant is added to the adhesive surface layer, its content is generally less than 50% by weight of the weight of the adhesive surface layer, preferably less than 40% by weight, and more preferably less than 30% by weight. Examples of flame retardants suitable for the adhesive tape of the present invention include flame retardants purchased from Clariant Corporation of Charlotte, NC under the trade name EXOLIT. Examples of the above trade names include IFR23, AP422, AP423, AP452(TP), AP462, AP 740 (TP), AP 750, AP 751 (TP) and AP 752 (TP). All of these flame retardants are non-halogenated flame retardants containing ammonium polyphosphate and/or synergists. Synergists are other flame retardant materials that provide higher flame retardancy than the sum of the flame retardancy of the two flame retardant materials when mixed with another flame retardant. EXOLIT OP grade materials based on organophosphorus compounds (such as OP550, OP910, OP920 (TP), OP921 (TP), OP1100 (TP), EXOLIT 5060, EXOLIT5073, EXOLIT5085 (VP) and EXOLIT5087, all purchased from Clariant) and EXOLIT RP grade red phosphorous materials such as RP622, RP650, RP652, RP654, RP658, RP659 (TP), RP683 (TP),

respectively), ammonium borate/ammonium diborate/ammonium tetraborate tetrahydrate, ammonium pentaborate x8H₂O, FYREX (which is diammonium phosphate and A mixture of ammonium dihydrogen phosphate, purchased from Akzo Nobel, Gallipolis Ferry, West Virginia), triphenyl phosphate, di(melamine) phosphate, potassium bicarbonate, potassium aluminum sulfate, MELAPUR 25 and MELAPUR p-46 (all are trimer Melamine cyanate), MELAPUR 200 (melamine polyphosphate, the first three substances were purchased from DSM Melamine Americas, Inc. Westwego, LA), AMGARD NH (melamine phosphate), ANTIBLAZE NP (alkylamine phosphate), ANTIBLAZE NK (alkylamine phosphate), ANTIBLAZE MC (ammonium polyphosphate), and AMGARD NP (ethylene diamine phosphate) (formerly Several substances are purchased from Albright & Wilson Americas Inc., Richmond, VA), REOGARD 1000 (it is a patented foaming flame retardant purchased from Great Lakes Chemical Corp., West Lafayette, IN), aluminum trihydrate (ATH) , Magnesium Oxide and Magnesium Hydroxide.

513 Halogenated phosphate flame retardants that can be used include TCEP (tris(2-chloroethyl) phosphate) and TCPP (tris(2-chloroisopropyl) phosphate) (both are purchased from Clariant Corporation), And FR370 (tris(tribromoneopentyl) phosphate, purchased from Dead Sea Bromine Group, Beer Shiva, Israel). Other examples of useful non-foaming flame retardants are described in U.S. Patent 6,022,914 (Nowak et al.) and useful foaming flame retardants are described in U.S. Patent 5,851,663 (Parsons et al.). Both of these US patents are incorporated by reference into this application.

519 A mixture of one or more flame retardants can also be used in the adhesive tape of the present invention. Suitable mixtures include a mixture of EXOLIT AP750 and FR370 and EXOLIT IFR23 and FR370 in a weight ratio of 5:95-95:5, and a mixture of ammonium dihydrogen phosphate, ammonium sulfate and aluminum magnesium silicate (available from Ansul under the trade name FORAY Incorporated), a mixture of one or more flame retardants and synergists can also be used in the adhesive tape of the present invention. Suitable synergists include talc, magnesium compounds, zinc compounds such as zinc borate, Fe₂O₃, MoO₃, special zeolites, boroxosiloxane elastomers. These synergists are described in Polymer Degradation and Stability, 2001 Edition Vol. 74(3), Pages 423-426, "Effects of Changed Rheology on Foaming Flame Retardant Systems" by P. Anna et al. In the text. At the same time, the synergist that can be used for brominated and phosphorus flame retardants is CIBA FLAMESTAB NOR 116 flame retardant material purchased from Ciba, Tarrytown, NY. There seems to be a synergistic effect between ammonium polyphosphate based foaming flame retardants and brominated phosphate, melamine phosphate and/or melamine polyphosphate flame retardants. Although halogenated flame retardants are generally not preferred, certain halogenated flame retardants can also be used in the present invention.

533 It has been found that FR370 (tris(tribromoneopentyl) phosphate) is a very effective flame retardant for preparing clean peelable flame retardant carpet adhesive tape. FR370 has not been identified as a troublesome substance by environmental organizations (such as the European Parliament) and has been identified as an effective substitute for antimony trioxide and/or polybrominated biphenyls.

537 The core layer may also include some other additives. Examples of suitable additives include tackifiers (for example, rosin esters, terpenes, phenols, and aliphatic synthetic

hydrocarbon resins, aromatic synthetic hydrocarbon resins, or a mixture of aliphatic and aromatic synthetic hydrocarbon resins), plasticizers, pigments , Dyes, non-expandable polymers or glass microspheres, expandable microspheres, reinforcing agents, hydrophobic or hydrophilic silica, calcium carbonate, toughening agents, antioxidants, finely ground

04-08-2020 13

polymer particles (such as poly Ester, nylon or polypropylene), stabilizers, conductive and/or thermally conductive particles, antistatic agents, fillers, foaming agents, adhesion promoters such as silanes, nanoparticles such as nanoclays, non-polymeric fibers, and mixtures thereof. The amount of the above additives and components added should generally be sufficient to obtain the desired final characteristics, but not to affect the adhesive tape formed by the above microfibers. The total volume percentage of all additives is preferably less than 70% by volume, more preferably less than 60%, and most preferably less than 50%. In addition, it is preferred that the particle size of these additives is small (ie, no more than about 100 microns, typically no more than about 10 microns, often no more than about 5 microns, and most preferably no more than about 1 micron) so as not to affect microfiber formation.

551 Figure 4 shows an extrusion method for preparing the stretch release adhesive tape of the present invention. According to the method of the present invention, the polymer resin or binder polymer is fed into the first extruder 310 (usually a single-screw extruder) to soften, grind, or melt the resin into a suitable extruder. form. The prepared polymer resin forms the core layer. The polymer resin can be added to the extruder 310 in any convenient form, such as pellets, short strips, bags, strands, bags, and ropes. Then, the polymer resin is fed into the second extruder 312 (for example, usually a twin screw extruder). The polymer resin can be directly fed from the extruder 310 to the second extruder 312 through the interface 311. Flame retardants and other additives such as microfiber forming resins can be added to any inlet, usually at inlet 313 into the second extruder 312, and thoroughly mixed in the kneading zone. Choose the order of component addition and mixing conditions (for example, screw speed, screw length, and temperature) to obtain the best mixing. Generally, the mixing is performed at a temperature that is at least 10°C higher than the melting temperature of the microfiber-forming resin but lower than the degradation temperature of the material added to the microfiber-forming resin and/or the microfiber-forming resin itself. The mixing is generally carried out at a temperature of 140-170°C. However, higher temperatures can also be used. It can be understood that if the polymer resin is provided in a form suitable for extrusion, the first extrusion step can be omitted and the resin can be directly added to the extruder 312.

567 The resin suitable for forming microfibers can be added to the extruder 312 at the downstream inlet 313 or another inlet (not shown). Preferably, the microfiber forming resin is added separately from other additives. The melt mixing step prepares a composition in which the microfiber forming resin and other additives are dispersed throughout the molten polymer resin. Generally, the melt mixing operation utilizes at least one kneading section downstream of the inlet 313 to fully mix various components. The temperature, pressure, shear rate, and mixing time used during melt mixing are selected to prepare a non-porous extrudable composition suitable for use as an adhesive tape and/or core layer (a part of a multilayer adhesive tape). The choice of addition sequence, zone temperature, pressure, shear rate, and

mixing time also depends on the specific chemical composition being processed. Moreover, the selection of these conditions can be implemented by those skilled in the art. When the adhesive tape contains flame retardant, the preferred order of addition is polymer resin/adhesive, flame retardant and other additives (if any), microfiber forming resin and tackifier (if any) .

579 The reinforcing microfibers are preferably made of a material whose melt viscosity (measured by a capillary viscometer) is similar to the material of the polymer core layer at the temperature of the die 314 in the above method. The reinforced microfiber material is selected so that it is immiscible but compatible with the polymer material. The physical properties of the stretch-release adhesive tape are affected by the formation of microfibers, while the formation of microfibers is affected by processing conditions and compatibility with

04-08-2020 14

the core polymer resin. It is important that the melt viscosity of the microfiber forming resin and the core polymer are close, and the processing conditions are suitable to produce continuous microfibers. The ratio of the melt viscosity of the microfiber forming resin to the melt viscosity of the core layer polymer is generally about 1:30-30:1, preferably 1:20-20:1. Generally, the microfiber materials are melted, mixed, and dispersed in the core material in the form of substantially spherical resin droplets. The average diameter of these resin droplets is generally less than about 20 microns, and sometimes less than about 10 microns.

590 After melting and mixing, the formed extrudable composition is metered into the extrusion die 314 (such as a contact die or a forging die) through a feed pipe 318 by a gear pump 316. The temperature in the die 314 is maintained at substantially the same temperature as the feed tube 318. Although the temperature of the feed tube 318 can be increased, it is generally kept at a temperature low enough to prevent degradation of the polymer or component.

595 The pressure in the die 314 generally decreases as the polymer core composition approaches the die outlet 315. In order to properly process the core layer by methods known to those of ordinary skill in the art, the flow rate of the extrudable polymer composition through the extruder 312 and the die 314 needs to be maintained. The temperature of the manufacturing method is generally selected so that the temperature in the highest or final zone is at least 10°C higher than the melting point (lower limit) of the elastic polymer resin, viscoelastic polymer resin or their mixture, but lower than the degradation of these components temperature. In addition, the temperature of the die 314 is generally not about 60°C higher than the melting point of the microfiber-forming polymer, so that the microfibers crystallize and solidify into longer, substantially continuous microfibers when cooled.

604 After the core layer leaves the die 314, the core layer is pressed against the smooth quench roll 317 with a nip roll or a smooth liner is placed on each major surface of the multilayer adhesive tape and the composite product is passed through the nip roll. It can provide the smoothness of one or both main surfaces of the core layer of the adhesive tape and/or the adhesive layer. It is also possible to use, for example, the patterned or microstructured lining described in U.S. Patent No. 6197397 issued to Sher et al. on March 6,

2001, or after the adhesive tape leaves the die 314, the patterned or patterned lining Contact with a roll (such as a patterned quench roll) to press the pattern on one or both main surfaces of the multilayer adhesive tape.

611 The core layer can be combined with one or more adhesive skin layers. Figure 4 shows the coextrusion method used in the present invention. In the system shown, a layer of adhesive skin material is fed into the system by adding resin or binder polymer to an extruder 330 (such as a single screw extruder). In the extruder 330, the resin or binder material is softened, mixed or melted, and then added to the second extruder 332 (for example, a single-screw or twin-screw extruder). Additives such as microfiber resins, tackifiers, and flame retardants can also be added to the adhesive surface layer by adding these additional components to the extruder 332 at the downstream inlet 329. These additives are mixed with the binder material in the extruder 332. The microfiber forming resin is preferably added separately from other additives. The melt-mixing step prepares a composition in which the microfiber forming material and other additives are dispersed throughout the molten binder polymer resin. Generally, the melting-mixing operation utilizes at least one kneading section downstream of the inlet 329 to thoroughly mix the various components. The temperature, pressure, shear rate, and mixing time used during melt mixing are selected to prepare a non-porous extrudable composition suitable for use as an adhesive surface layer. The additives, order of addition, zone temperature, pressure, shear rate, and mixing time can also be selected according to the adhesive formulation. Moreover, the selection of these conditions can be implemented by those skilled in the art. When the surface

04-08-2020 15

layer adhesive contains flame retardant, the preferred order of addition is polymer resin/adhesive, flame retardant and other additives (if any), microfiber forming resin and tackifier (if any) . The number of additives, the order of addition, and the point of addition are selected according to the adhesive formulation to provide the desired adhesiveness suitable for the application of the adhesive tape.

630 After mixing, the extrudable adhesive composition is metered from the extruder 332 into a suitable cavity of the die 314 by the gear pump 336 through the feeding tube 334. The adhesive composition is co-extruded with the core layer through the outlet 315 on the die 314, so that the adhesive composition is directly coated on a major surface of the core layer. It is understood that the adhesive composition may be coated on one or both main surfaces of the core layer. Co-extrusion methods for coating articles with adhesives are known to those skilled in the art, and therefore will not be further explained in this application.

636 If the adhesive surface layer is coated on both main surfaces of the core layer at the same time, the formed adhesive tape has the three-layer (ABA or ABC) structure shown in FIG. 2 and described in this specification. In order to manufacture this ABC three-layer structure, additional extruders and related equipment can be added to the system shown in Figure 3 according to known methods, so that the first and second adhesive surface layers are coated on the core layer. On the first and second major surfaces. It is also possible to coat one or two adhesive compositions on the core layer by laminating, coating or spraying. The first and second compositions may be continuous adhesive layers or discontinuous adhesive layers

coated on the main surface of the core layer. The adhesive surface layer on each major surface may be the same or different adhesive composition, and a three-dimensional surface structure may be provided on any adhesive layer. In order to obtain tensile releasability, the adhesive surface layer preferably has a peel adhesive strength that is less than the tear strength or tensile breaking strength of the core layer or the composite adhesive tape structure.

647 The adhesive surface layer suitable for the article of the present invention includes any adhesive that can provide acceptable adhesion to various polar and non-polar substrates, while being compatible with the composition used in the core layer in the manner described. Agent. The thickness of the adhesive surface layer has an effect on peel adhesion. Therefore, the thickness of the adhesive surface layer should be at least about 0.012 mm (0.5 mils), preferably at least about 0.051 mm (2 mils), and more preferably less than 0.25 mm (10 mils). In order to cleanly peel off the stretch-release adhesive tape at one time, the adhesive force between the adhesive surface layer and the substrate should not be too large, that is, the 90-degree peel adhesive force is less than about 5.25 kN/m (30 lb/in), preferably less than about 3.50 kN/m (20 lb/in), more preferably less than about 1.75 kN/m (10 lb/in). Pressure sensitive adhesives are generally acceptable and suitable. Suitable pressure-sensitive adhesives include many adhesives, such as acrylic adhesives (including copolymerization of (meth)acrylate and comonomers such as (meth)acrylic acid, vinyl acetate and dimethylacrylamide) Compounds, terpolymers and quaternary copolymers), polyurethanes, thermoplastic elastomers (such as styrene-isoprene-styrene, styrene-butadiene-styrene, and mixtures thereof), and other blocks Copolymers, polyolefins (such as poly α -olefins and amorphous polyolefins), polysiloxanes, rubberbased adhesives (including natural rubber, polyisoprene, polyisobutylene, butyl rubber, etc.) and the abovementioned adhesives The combination of the mixture and the binder of the mixture. The adhesive component may include tackifiers, plasticizers, rheology modifiers, adhesion promoters such as silanes, fillers, non-polymeric fibers, crosslinkers, ceramic microspheres, glass microspheres, foaming or Non-foaming polymer microspheres, conductive and/or conductive particles, antistatic agents, antioxidants, dyes, pigments, stabilizers, foaming agents, surfactants, nanoparticles such as nanoclays, and microfiber forming resins And other additives and active ingredients such as antibacterial agents or the like. One type of pressure

04-08-2020 16

sensitive adhesives known to be suitable for use in the present invention are acrylate copolymers as described in U.S. Patent RE24906, especially those with a weight ratio of isoctyl acrylate:acrylic acid copolymer of 90:10 to about 98:2. The weight ratio of the copolymer and 2-ethylhexyl acrylate: acrylic acid copolymer is from 90:10-9 to about 98:2. It can also be a 65:32 2-ethylhexyl acrylate: isobornyl acrylate copolymer. Useful adhesives are described in U.S. Patent Nos. 5,804,610 and 5,932,298 (incorporated by reference in its entirety). The blend of acrylic adhesive and rubber-based adhesive is referred to as hot melt composition K in PCT International Publication WO01/57152, for example. The addition of antibacterial agents to adhesives is also mentioned in U.S. Patent Nos. 4,310,509 and 4,323,557 (both patents are incorporated herein by reference in their entirety).

677 The release liner 320 may also be applied to the adhesive skin layer attached to the main surface of one or two core layers. The release liner 320 may be fed from the feeding roller 322 and then applied on the surface of the adhesive surface layer. Suitable materials for the release liner 320 include silicone release liners, polyester films (such as polyethylene terephthalate films), and polyolefin films (such as polyethylene films). The abovementioned liner and adhesive layer may be laminated together between the nip rollers 324. An optional second release liner 340 may be applied on the other major surface of the core layer. The liner 340 may be fed from the second supply roller 342, and the supply roller 342 feeds the liner 340 to the nip roller 324. The liner is then applied to the adhesive layer as the core layer and associated adhesive layer pass through the nip roll 324. The pressure of the nip roller 324 is used to laminate the release liners 320 and 340 on the multilayer adhesive tape structure.

687 In another connection method, the second release liner 340 may be provided with a layer of adhesive coated on one surface thereof. In this manner, the second adhesive layer may be coated on the second major surface of the core layer. The second adhesive layer may be the same as or different from the coextrusion adhesive described above. The adhesive layer generally contains a pressure sensitive adhesive. These adhesive layers may or may not contain microfibers. The release liner 320 may also be provided with a layer of adhesive coated on one of its surfaces.

693 Alternatively, the liner 340 may be fed by a supply roller (not shown) and applied to the surface of the quench roller 317, so that the extrudate of the die 314 is coated on the liner 340.

695 After lamination between the nip rolls 324, the adhesive tape is optionally exposed to the radiation of the electron beam source 326 to crosslink the polymer core layer and/or the adhesive layer. If it is necessary to crosslink the core layer material to increase its cohesive strength, the radiant energy should be sufficient to penetrate the thickness of the core layer to initiate and complete the crosslinking reaction. As known to those of ordinary skill in the art, the thickness of the extruded core layer may reach the point where electron beam radiation is required on both sides for sufficient crosslinking. Other radiation sources (such as ion beam, gamma radiation, and ultraviolet radiation) can be used, and if only the outermost layer (such as the adhesive layer) needs to be cross-linked, lower energy radiation forms are also suitable. After the electron radiation or other radiation sources are irradiated, the formed multilayer adhesive tape laminate is wound on the take-up roller 328. Optionally, the adhesive tape is wound on a roll and then irradiated.

705 The release liner is generally coated with a release agent such as a fluorine-containing compound or silicone. For example, US Patent 4,472,480 describes a low surface energy fluorochemical liner. Suitable release liners include paper, polyolefin film or polyester film coated with silicone release materials. Examples of commercially available silicone-coated release liners include POLYSLIK silicone release paper available from James River Co., HPSmith Division (Bedford Park, IL) and silicone release paper available from DCP

Lohja (Dixon, IL).) (Now known as Loparex Inc. (Willowbrook, IL) silicone release paper. The specific release paper is purchased from Daubert Chemical Co under the trade name 1-60BKG-157. Super calendered kraft paper with water-based silicone release surface. Other types of stable, non-staining release liners can also be used in the present invention, such as the release liners described in US Patent Application 09/775955. The aforementioned US patent application is incorporated by reference into this application.

715 The above-mentioned co-extrusion method can produce double-layer products, and can also produce products with more than three layers. These multilayer structures can be manufactured by arranging a suitable feed head on the die 314 or using a multi-blade or multi-manifold die. Although the extrusion method for preparing the adhesive tape of the present invention has been described, it is also possible to bond the surface layer by laminating, coating or spraying on the core layer or the co-extruded polymer layer after the core layer is discharged from the die 314 Or other polymer layers to prepare multilayer adhesive tape. For example, the core layer can be extruded directly onto the backing layer or release liner with an adhesive skin layer. Other techniques that can be used include pattern coating. The adhesive tape 200 is preferably prepared by the method described in U.S. Patent No. 5,660,922 issued on August 26, 1997.

724 The adhesive tape of the present invention can be used for many purposes, and is particularly suitable for use as a carpet adhesive tape in aviation, electronics, automobiles and medical applications, and can also be used in the fields of advertising and display. The performance of the product can be adjusted to meet the needs of the required use. These adhesive tapes can also be used as attachment systems or installation devices for various products, such as signs, reclosable fasteners, side moldings of the car body, panels, hooks, clips, etc. Other applications include sealing applications such as container sealing, tissue sealing, and surgical drape sealing.

731 The features of the embodiments of the present invention will be further described in the following nonlimiting examples.

733 Example

734 Examples Unless otherwise indicated, all amounts listed in the examples are by weight. In the following test methods and examples, except for the width, the dimensions (usually referred to as length) of all samples are approximate dimensions because the width can be measured to the accuracy of the cutting tool.

737 testing method

738 Flame resistance test method

739 This test method is based on the standards and procedures consistent with FAR § 25.853 (July 1990), except that the sample is conditioned at a relative humidity of $50\% \pm 10\%$ for at least 24 hours instead of the specified $50\% \pm 5\%$ Conditioned at% relative humidity.

742 The samples are conditioned for a minimum of 24 hours at a temperature of $21.1^{\circ}\text{C} \pm 2.8^{\circ}\text{C}$ ($70^{\circ}\pm 5^{\circ}\text{F}$) and a relative humidity of $50\% \pm 10\%$. Mount the sample in a U-shaped metal frame,

fix two long sides and one short side in the vertical direction, and neither support nor connect to the base. The exposed surface of the specimen is at least 50.8 mm (2 inches) wide and approximately 304.8 mm (12 inches) long.

747 Contact the sample with the flame of the torch. The bottom edge of the sample is located approximately 19.1 mm (3/4 inch) from the top edge of the burner. Burn the flame against the center line of the bottom edge of the sample for 12 seconds. Record the fire time, burning length and burning time of falling objects, if any. Burning length is the distance from the initial edge of the sample contacting the flame to the farthest point where the sample is damaged due to fire. It includes the area of partial or complete loss, charring, or

04-08-2020 18

brittleness, but does not include the area of smoke, pollution, curling or fading , Does not include shrinkage or hot melt area of the material.

754 FAR § 25.853 (July 1990) (a) (1) (i) subsection 60 seconds ignition requires that the average combustion width does not exceed 152.4 mm (6 inches), and the average combustion time after the ignition source is removed is not more than 15 seconds , The falling object will continue to burn for no more than 3 seconds after falling. FAR § 25.853 (July 1990) (a) (1) (ii) subsection 12-second ignition requires that the average burning width does not exceed 203 mm (8 inches), and the average burning time after removing the ignition source is not more than 15 seconds , The falling object will continue to burn for no more than 3 seconds after falling.

761 90Degree peel adhesion test

762 Cut a sample of 12.7 mm (0.5 inches) wide and about 152 mm (6 inches) long from the product to be tested, and laminate the product to a length of about 165 mm (6.5 inches) by rolling the product on aluminum foil. About 28.6 mm (1.125 inches) wide and 0.051 mm (0.002 inches) thick aluminum foil, be careful not to trap air bubbles between the foil and the product. The foil/product laminate is then placed on a clean and dry 51 mm (2 inches) wide and about 127 mm (5 inches) long stainless steel substrate or Boeing composite material. The specific specifications are as described in the following examples. The laminate is located in the center of the board, and part of the laminate extends beyond the board as a pull tab. A 2 kg (4.5 lb) hard rubber roller was rolled twice in each direction to roll the laminate onto the board. Be careful not to trap air bubbles between the board and the laminate. The sample thus prepared is kept at room temperature (about 22°C) or 70°C for about 72 hours. Then at room temperature (approximately 22°C) in accordance with the Pressure Sensitive Tape Association test method PSTC-5 "Pressure Sensitive Tape Fast Adhesive", using an INSTRON tensile tester with a crosshead speed of 30 cm/min (12 inches/min) The sample was subjected to a 90-degree peel adhesion test. That is, the peel value obtained for the first 25.4 cm (1 inch) peel length is not counted. After recording the peel value of 89 cm (3.5 inches), the "peel zone". The recorded value is the integrated peel adhesion value. Also record the failure mode of the 70°C aging sample.

777 T-type peel adhesion test

778 Cut a sample of 12.7 mm (0.5 inches) wide and about 152 mm (6 inches) long from the product to be tested, and laminate the product to a length of about 165 mm (6.5 inches) by rolling the product on aluminum foil. About 28.6 mm (1.125 inches) wide and 0.051 mm (0.002 inches) thick aluminum foil, be careful not to trap air bubbles between the foil and the product. The foil/product laminate was then placed on a clean and dry carpet backing of 51 mm (2 inches) wide and about 127 mm (5 inches) long (purchased under the trade name FELTEX CARPET Style 282131 from Feltex Carpet Ltd, Auckland, NZ), so that the laminate is located in the center of the carpet backing, and part of the laminate extends beyond the board as a pull tab. A 2 kg (4.5 lb) hard rubber roller was rolled twice in each direction to roll the laminate onto the carpet backing. Be careful not to trap air bubbles between the carpet backing and the laminate. The sample thus prepared is kept at room temperature (about 22°C) or 70°C for about 72 hours. Then at room temperature (about 22°C) in accordance with ASTM D-1876-01 "Adhesive Peel Resistance" (T-type peel test), use an INSTRON with a crosshead speed of 30 cm/min (12 inches/min) Tensile tester to test the sample. That is, the peel value obtained for the first 25.4 cm (1 inch) peel length is not counted. After recording the peel value of 89 cm (3.5 inches), the "peel zone". The recorded value is the integrated peel adhesion value.

792 Static shear strength test

793 Cut a sample of 1.27 cm (1 inch) wide and about 15.2 cm (6 inches) long from the product to be tested, and

04-08-2020 19

roll the product on the anodized surface of aluminum foil, and laminate it on about 165 mm (6.5 inches)) On anodized aluminum foil with a length of approximately 28.6 mm (1.125 inches) and a width of 0.127 mm (0.005 inches) thick, be careful not to trap air bubbles between the foil and the product. The foil/product laminate was then cut in half to obtain two 2.54 cm x 7.62 cm (1 inch x 3 inches) specimens. The liner was peeled off from a sample, and then placed on a clean and dry 51 mm (2 inches) wide and about 127 mm (5 inches) long stainless steel substrate, so that the laminate is located in the center of the plate, so that 2.54 cm (2 inches) long part is bonded (i.e. 3.13 square inches) (0.5 square inch) bonding surface) and 5.1 cm (2 inches) part of the laminate extends beyond the board as a pull tab. A 2 kg (4.5 lb) hard rubber roller was rolled twice in each direction to roll the laminate onto the board. Be careful not to trap air bubbles between the board and the laminate. Then unfold the 5.1 cm (2 inch) pull tab around a triangle clip and fasten it with staples so that a heavy object can be attached to the sample. The sample thus prepared was kept at room temperature and about 50% relative humidity for about 72 hours. Then put the sample in a static shear standard fixture with a backslope of 0-2 degrees in a 70°C (158°C) forced air drying oven. Warm the sample for 10 minutes before attaching a 500 gram weight. The test is carried out until the sample is damaged or 10,000 minutes have passed. Record the time and method of damage. If the sample is not damaged, measure and record the amount of slippage.

810 Tensile breaking strength and elongation test

811 A silicone release liner is applied to the exposed surface of the article, which already has a liner on the other surface. A sample with a width of 2.54 cm (1 inch) and a length of about 12.7 cm (5 inches) is cut from the product to be tested in the processing direction to prepare a test sample. Peel off a lining, measure a length of 2.54 cm (1 inch) at the center of the test sample, and mark it to obtain the initial spacing. Place a masking tape 2.54 cm (1 inch) wide and about 7.62 cm (3 inches) long on the foam product, so that the edges of the tape are at the two marks, so that the marked 2.54 cm (1 inch) long part There is no covering tape. Then peel off the other liner and wrap the product completely with masking tape, taking care to ensure that the masking tape is aligned with the mark on the product. Use this tape to prevent the sample from adhering to the INSTRON chuck and prevent the sample from breaking at the position clamped by the chuck. Set INSTRON to the following conditions:

821 Chuck distance: 2.54 cm (1 inch)

822 Crosshead speed: 25.4 cm/min (10 inches/min)

823 Then place the test sample on the INSTRON chuck so that the chuck is aligned with the edge of the masking tape. The sample is tested at a crosshead speed of 25.4 cm/min (10 inches/min) until the sample breaks. Record the tensile breaking strength in pounds (subsequently converted to kilograms) and record the elongation distance. Calculate the percent elongation at break by dividing the elongation distance by the initial distance and multiplying by 100. Test three samples and take the average value to calculate the tensile breaking strength and percent elongation.

829 Hardness Testing

830 Measure and record the thickness of the product sample about 5.1 cm (2 inches) by 2.54 cm (1 inch). The sample was then laminated onto a clean and dry glass plate, taking care to prevent air bubbles from being trapped between the sample and the glass. The additional product sample sheet is laminated to the first product until the total thickness is at least 0.34 cm (0.135 inches). Use Shore A hardness tester (from Shore Instrument Mfg. Co. Inc., Freeport, NY obtained the CV type table and A ASTM D2240 standard hardness tester), measured the initial hardness of the product three times, and then averaged the measured maximum

04-08-2020 20

hardness values.

837 Tensile peel test

838 Cut two 12.5 mm (0.5 inch) wide and 152 mm (6 inch) long strips from the test sample, and the cut length is the processing direction of the sample. Laminate the two strips side by side on a stainless steel plate 50.8 mm (2 inches) wide x 127 mm (5 inches) long x 1.59 mm (1/16 inch) thick, so that the strip is located below the center of the plate, There is a gap of 1.27 cm (0.5 inch) between the strips, and approximately 25.4 mm (1 inch) of the strip exceeds the end of the board. Take care to ensure that maximum wetting or contact is formed between the strip and the board. 100% contact is required. The bonded samples are placed at room temperature (about 22°C) for 24 to 72 hours. Pull the free end of the test strip by hand

at a speed of about 30 cm/min (about 12 inches/min) in the direction away from the board, causing tensile peeling until the bond fails. The angle at which the specimen is pulled away from the plane of the board is about 10-25 degrees. Then visually check the board for residues and the number of strip breaks.

848 material

849 Some commercially available materials are used in the embodiments of the present invention. These materials are listed in the table below, and are usually represented by trade names in the examples. Trade name Description Source IRGACURE651 2,2-Dimethoxy-2-phenylacetophenone Ciba Specialty Chemicals Corp, Tarrytown, NY FR370 Tris(tribromoneopentyl) phosphate Dead Sea Bromine Group, Beer Shiva, Israel EXOLIT IFR23 Foaming flame retardant system based on ammonium polyphosphate Clariant Corporation, Charlette, NC HL2081 Rubber/resin pressure sensitive adhesive HBFULLER, St. Paul, MN SYVALITERE80HP Tackifying resin Arizona Chemical, Jacksonville, FL Tackifying ECR Resin ExxonMobil Chemical Company, Houston, TX EXACT 3040 Vinylhexene copolymer with nominal tensile yield strength (MD) of 5.4 MPa (780 psi) and tensile breaking strength (MD) of 51.6 MPa (7490 Pounds per square inch), the elongation at break (MD) is 460%, the MI is 16.5, the density is 0.900 g/cm³, and the peak melting temperature is 96°C (205°F) ExxonMobil Chemical Company, Houston, TX

860 General preparation method of encapsulated pressure sensitive adhesive I-III

861 Add 2-ethylhexyl acrylate (2-EHA), acrylic acid (AA), 2,2-dimethoxy-2-phenylacetophenone (IRGACURE 651) and mercapto group in the amount listed in Table 1 below. Isooctyl acetate (IOTG) was mixed to prepare three pressure-sensitive adhesive compositions. The composition was placed in a package having a size of about 100 mm x 5 mm x 5 mm as described in US Patent 5,804,610 (Hamer et al.) to make a "encapsulated pressure sensitive adhesive". The packaging film is a VA-24 film with a thickness of 0.0635 mm (0.0025 inch) (available from CT Film of Dallas, TX, an ethylene vinyl acetate copolymer heat-sealing film with a vinyl acetate content of 6%). The package was immersed in a water bath and placed in ultraviolet radiation with an intensity of 3.5 mW/cm and a total energy of 1627 mJ/cm measured by the NIST unit to form a "encapsulated pressure sensitive adhesive (Pkg. PSA)".

870 Table 1 Components 2-EHA parts by weight AA parts by weight IOTG parts by weight IOTG parts by weight 2,2-Dimethoxy-2-phenylacetophenone Pkg. PSA I 90 10 0.03 0.15 Pkg. PSA II 97 3 0.01 0.15 Pkg. PSA III 95 5 0.01 0. 15

873 Encapsulated pressure sensitive adhesive IV

874 The encapsulated pressure-sensitive adhesive IV is a commercially available hot-melt adhesive purchased from H.B. Fuller Company under the trade name HL2081.

876 Prepare pre-mixed surface layer adhesive A:

877 The "encapsulated pressure sensitive adhesive I" is fed through the first 51 mm single screw extruder (Bonnot)

into a 30 mm co-rotating twin screw extruder (Werner Pfleider) with a screw speed of 300 rpm. The second feed port. The temperature settings of each zone of the Bonnot extruder are as follows: zone 1=149°C (300°F), zone 2=163°C (325°F), zone 3=177°C (350°F). Set the pump and heated hose to 177°C (350°F). The temperature of the six zones in the twin-screw extruder is set as: zone 1 = 163°C (325°F), zone 2 to 6 = 121°C (350°F). The adhesive was fed into a silicone coated carton through a heated hose set at 121°C (350°F). This surface adhesive is referred to in Table 2 as "Premixed Adhesive A".

884 Pre-mixed surface layer adhesive B:

885 The pre-mixed adhesive B shown in Table 3 below is a pre-mixed pillow-shaped packaging pressure sensitive adhesive obtained from the manufacturer, which can be directly used for hot melt processing.

887 Preparation of pre-mixed surface adhesive C-G

888 Pre-mix five surface adhesives containing flame retardants as follows:

889 The encapsulated pressure-sensitive adhesive is fed through the first 51 mm single screw extruder (Bonnot) at a speed of 12 lb/h (5.45 kg/h) into a 30 mm same screw with a screw speed of 300 revolutions/min. Into the barrel zone 1 of the twin screw extruder (Werner Pfleider). The temperature settings of each zone of the Bonnot extruder are as follows: zone 1=149°C (300°F), zone 2=163°C (325°F), zone 3=177°C (350°F). Set the pump and heated hose to 177°C (350°F). The temperature of the six zones in the twinscrew extruder is set as: zone 1=37.8°C (100°F), zone 2=79.4°C (175°F), zone 3=37.8°C (100°F), zone 4=160°C (320°F), zone 5=160°C (320°F) and zone 6=160°C (320°F).

896 A KTRON F-7 weightless feeder (purchased from K Tron Corp, Pitman, NJ) was used to add the flame retardant to the barrel zone 3.

898 If any, melt the tackifying resin in the resin melting system, and then add it to zone 5 of the barrel. The temperature of the resin melting tank is set to 148.9°C (300°F), and the pump and heating hose are set to 162.8°C (325°F). If any, the feed rate of flame retardant and tackifying resin is adjusted according to the set flow rate of 12 lb/hr (5.45 kg/hr) of encapsulating pressure sensitive adhesive to produce the formula shown in Table 2. Required parts by weight.

903 The adhesive is delivered to the silicone-coated carton through a heated hose set at 160°C (320°F). Table 2 indicates the surface layer adhesives as "pre-mixed adhesives C, D, E, F and G".

905 Table 2 Component types Component pre-mixed surface adhesive, parts by weight A, B, C, D, E, F, G, adhesive polymer, Pkg. PSA I 100 Pkg. PSA II 100 100 100 100 100 Pkg. PSA III 100 Pkg. PS IV 100 Tackifying resin ECR 180 39 RE80HP 39 39 39 49 Flame retardant EXOLITIFR 23 75 75 75 50 FR370 49 49

908 Preparation of mixed core layer adhesive H-N

909 Mix 7 core layer adhesives as follows:

910 The encapsulated pressure sensitive adhesive is fed through the first 51 mm single screw extruder (Bonnot) at a speed of 2.27 kg/h (5 lb/h) into a 30 mm same screw with a screw speed of 300 revolutions/min. Into the barrel zone 1 of the twin screw extruder (Werner Pfleider). The temperature settings of each zone of the Bonnot extruder are as follows: zone 1=149°C (300°F), zone 2=163°C (325°F), zone 3=177°C (350°F). Set the pump and heated hose to 177°C (350°F). Set the temperature of the six zones in the twin-screw extruder as: zone 1=37.8°C (100°F), zone 2=37.8°C (100°F), zone 3=37.8°C (100°F), zone 4=160°C (320°F), zone 5=160°C (320°F) and zone 6=160°C (320°F).

917 If available, use KTRON F-7 weight loss feeder to add flame retardant into barrel zone 3.

918 A KTRON F-7 weight-loss feeder was used to add the fiber-forming resin into the barrel zone 3. The feed rate of the flame retardant (if any) and the fiber forming resin is adjusted according to the set flow rate of the

04-08-2020 22

encapsulated pressure-sensitive adhesive of 2.27 kg/hr (5 lb/hr) to produce the formula shown in Table 3. Required parts by weight.

922 Table 3 indicates the core layer adhesive as "Mixed core layer adhesives H, I, J, K, L, M, and N". The mixed core layer adhesive does not need to be separated, but is added to the middle layer of the three-layer die described in Examples 1-11.

925 Table 3 Component types Component mixed core layer adhesive, parts by weight A, B, C, D, E, F, G, adhesive polymer, Pkg. PSA I 100 100 Pkg. PSA II 100 100 100 Pkg. PSA III 100 Pkg. PS IV 100 Fiberforming resin EXACT3040 54 54 54 54 54 54 54 65 87 Flame retardant EXOLITIFR 23 75 75 50 FR370 49 49

928 Example 1-11

929 The mixed core layer adhesive H-N and the pre-mixed surface layer adhesive A-G were mixed as follows to prepare a three-layer adhesive tape.

931 After mixing the core layer adhesive as described above, use a heated hose to pump it directly to a three-layer CLOEREN die (purchased from Thecloeren) with a width of 203.2 mm (8 inches) and a gap of about 1 cm (0.040 inches). Company, Orange, TX) in the center/middle floor. The die temperature is 320°F (160°C).

934 At the same time, the pre-mixed surface layer adhesive was transported from the second 51 mm single-screw extruder (Bonnot) to the outer layers of the die, and co-extruded with the core layer adhesive extrudate. The temperature in the Bonnot zone is set to 149°C (300°F). The pump and heated hose are set to 163°C (325°F). The flow rate of the surface layer adhesive was adjusted to provide the target thickness of 0.076 mm (3 mils) required for each outer layer. The processing conditions were adjusted to provide the adhesive tape thickness shown in Table 4. The extruded sheet is cast on a quench roll set at 7.2°C (45.5°F), cooled to about 25°C, and then transported to the pending US patent application 09/775955 "Adhesive Articles

and their manufacturing methods" on the 0.127 mm thick polyethylene release liner prepared by the method described in Examples 10a and 10b. The formed article is wound on a roll for later crosslinking.

943 Two pieces of about 1 meter (39 inches) long were cut from the sample roll described above. Carefully apply a 0.051 mm (0.002 inch) thick polyester lining (under the trade name 2-PESTR(P2)) coated with silicone on both sides but with different release materials on each side (marked as 5035 and 7200) -5035&7200 purchased from DCP=LOHJA Inc. Willowbrook, IL) was laminated to the uncovered side (second side) of each piece of sheet, and the side coated with 7200 siloxane touched the uncovered side (second side). Then the extruded segments with linings on both sides of Examples 1-3 and 6-11 were passed through an electron beam processing device (ESI Electro Curtain) operating at an acceleration voltage of 300 KeV and a speed of 6.1 m/min, and each side passed once . Each side of each segment receives a 6 Mrad measured electron beam dose.

952

Table 4 Example number Surface adhesive, side 1/side 2 Surface adhesive thickness, side 1/side 2, mm (mils) Core layer Core thickness, mm (mils) Total thickness of adhesive tape, mm (Mils) The total weight of the adhesive tape in grams/meter² 1 A/A 0.076/0.076(3/3) H 0.152(6) 0.30(12) 285.9(8.43) 2 A/A 0.076/0.076(3/3) H 0.229(9) 0.38(15) 379.5(11.19) 3 A/A 0.076/0.076(3/3) H 0.076/0.076(3/3) H 0.319) 469.3(13.84) 4 B/B 0.076/0.076(3/3) I 0.305(12) 0.46(18) 338.0(9.97) 5 B/B 0.076/0.076(3/3) I 0.10(4) 0.25(10) 345.2(10.18) 6 C/C 0.076/0.076(3/3) J 0.38(15) 0.53(21) 592.1(17.46) 7 D/D 0.076/0.076(3/3) 0.28(11) 0.13(5) 334.4 (9.86) 8 E/E 0.076/0.076(3/3) L 0.13(5) 0.28(11) 318.8(9.40) 9 F/F 0.076/0.076(3/3) 0.5 M 0.36(14) 554.8(16.36) 10

04-08-2020 23

G/G 0.076/0.076(3/3) M 0.20(8) 0.36(14) 4103(12.10) 11 F/F 0.076/0.076(3/3) 0.43N 11 17 0.28) 494.4 (14.58)

964 Then test the physical properties and adhesive properties of the resulting products. The results are listed in Table 5.

966

Table 5 Example Tensile breaking strength MPa(psi)% Elongation Shore A hardness 90° Adhesiveness kN/m(piw) 70°C static shear, minutes, failure mode Tensile peel test sample 1 2 Stainless steel Boeing composite materials 1 0.059 (8.6) 710 49-30(e) 1.27 (7.26) 1.03 (5.89)> 10000 Pass/Fail (1 break) 2 0.066 (9.7) 760 1.2 8 (7.3) 4 1.58 (9.00) >10000 Qualified/eligible 3 0.069 (10.1) 840 21 1.87(10.7) 1.61 (9.19) 10,000 Qualified/eligible 4 0.069(10.0) 1270 Qualified 41 11.86(10.64) Qualified NT(b) 48 (7.0) 1050 35 1.41 (8.04) NT <1C Pass/ Pass 6 0.078 (11.4) 840 30 0.070 (3.98) 0.56 (3.21) 69C Pass/Fail (2 breaks) 7 (0.8 19) 2.8 (4.81) 0.92 (5.28) 43C Failed/Failed (5 breaks/3 breaks) 8 0.068 (9.9) 880 42 0.95 (5.45) 1.31 (7.51) 3.6> 10000 Qualified/eligible 9 42 0.075 (10.9) 8) 0.45 (2.59) 992C Pass/Fail (3 breaks) 10 0.070 (10.2) 720 50-48(e) 0.36 (2.06) 0.30 (1.73) 10000 Pass/pass 11 0.088 (12.9) 41 0.088 (12.9) 2.7 0.525(3.00) 51C Pass/ Pass

978 (a) Example 7 is poorly coated, and voids and bubbles in the structure affect the test performance.

979 (b) NT = not tested.

980 (c) C = Cohesion failure.

981 (d) The voids in the core layer cause failure

982 (e) During the test, the indicator reading continued to decrease; the reading did not reach the standard point.

983 In the 90° bonded samples, all the samples were cleanly peeled from the surface of the test substrate without leaving visible residues. Examples 4 and 5 both have a rubber-bonded surface layer and a rubber-bonded core layer, so it is expected that they will not have good shear properties at 70°C. In order to prevent the adhesive tapes of Examples 1, 6, 7 and 9 from breaking during the tensile peeling test and increasing the concentration of microfibers and the thickness of the core layer, the tensile breaking strength of the adhesive tapes can be increased.

989 Example 6-11, flame retardancy

990 According to the flame retardancy test method, the flame retardancy of the adhesive tapes of Examples 6-11 was tested. The data are listed in Table 6.

992

	Falling objects	Burning time, seconds	Total pass/fail	6 Yes 0 4.6	4.6 96.5 (3.8)
Burning time, seconds	Burning length, mm (inch)				
Qualified 7 YES 0 13	139.7 qualified (5.5)	Yes 0	103.6 (4.08)	Qualified 9 Yes 0> 15>	203.2 (> 8)
Failed 10 Yes 0> 15	Failed 11 Yes> 8	Failed> 203.2 (8)	Failed		

998 It can be considered that by reducing the amount of tackifying resin used, increasing the total amount of flame retardant and replacing part of IFR23 flame retardant with brominated flame retardant (such as FR370), the flame retardancy of Examples 9, 10 and 11 can be improved. .

1001 Example 12

1002 Prepare the flame-retardant carpet adhesive tape that can be cleanly peeled off as shown in Figure 3 as follows:

1003 The surface layer adhesive is designated as "Mixed Surface Layer Adhesive O", and the core layer adhesive is

04-08-2020 24

designated as "Mixed Core Layer Adhesive P". The surface layer adhesive and the core layer adhesive are not separated, but are added to the rotary die and coated on the release liner separately.

1006 Preparation of mixed surface adhesive and bonding surface O:

1007 The encapsulated pressure sensitive adhesive II is fed through the first 51 mm single screw extruder (Bonnot) at a speed of 2.27 kg/h (5 lb/h) into a 30 mm screw with a screw speed of 300 revolutions/min. In the barrel zone 1 of the co-rotating twin screw extruder (Werner Pfleider). The temperature settings of each zone of the Bonnot extruder are as follows: zone 1=149°C (300°F), zone 2=163°C (325°F), zone 3=177°C (350°F). Set the pump and heated hose to 177°C (350°F). Set the temperature of the six zones in the twin-screw extruder as: zone 1=37.8°C (100°F), zone 2=37.8°C (100°F), zone 3=37.8°C (100°F), zone 4=160°C (320°F), zone 5=160°C (320°F) and zone 6=160°C (320°F).

1014 Add the flame retardants EXOLIT IFR23 and FR370 into barrel zone 3 with KTRON F-7 weightless feeder. Melt the tackifying resin RE80HP in the HELICONE resin melting system, and then add it to zone 5 of the barrel. The temperature of the HELICONE tank is set at 148°C (300°F), and the temperature of the pump and heating hose is set at 162.8°C (325°F). The feed rate of the flame retardant and the tackifying resin was adjusted according to the set flow rate of the packaged pressure-sensitive adhesive II of 2.27 kg/hr (5 lb/hr) to produce the required parts by weight in the formula shown in Table 7 .

1020 After mixing the surface adhesive according to the above method, there is no need to separate it, but directly pump it into a 203.2 mm (6 inch) wide rotating die with a temperature of 160°C (320°F) through a heated hose . With a target thickness of 0.125 mm (5 mils), it was directly coated on a silicone-coated 55# encrypted kraft paper differential adhesive release liner to produce an adhesive surface layer O, which was then wound into a roll.

1025 Prepare the mixed surface layer adhesive and bonding surface layer P:

1026 The encapsulated pressure-sensitive adhesive III is fed through the first 51 mm single screw extruder (Bonnot) at a speed of 1.36 kg/h (3 lb/h) into an 18 mm screw with a screw speed of 300 rpm Co-rotating twin screw extruder (Haake Micro 18, purchased from Haake, Karlsruhe, Germany) in barrel zone 1. The temperature of each zone of the Bonnot extruder is set to 121°C (250°F). Set the pump and heated hose to 149°C (300°F). The temperature of each zone in the twin screw extruder is set to 121°C (250°F).

1031 Add flame retardant FR370 into barrel zone 3 with a weightless feeder. Put the tackifying resin RE80HP in the DYNAMELT S222-G29-24-ZN melting grate system (purchased from ITW Dynatec, Hendersonville, TN) to melt, and then add it to the barrel zone 5. The temperature of the melting grate is set to 148.9°C (300°F), and the temperature of the pump and heating hose is set to 162.8°C (325°F). The feed rate of the flame retardant and the tackifying resin was adjusted according to the set flow rate of the packaged pressure-sensitive adhesive III of 1.36 kg/hr (3 lb/hr) to produce the required parts by weight in the formula shown in Table 7 .

1038 After mixing the surface adhesive according to the above method, there is no need to separate it, but directly pump it into a 203.2 mm (6 inch) wide rotating die with a temperature of 160°C (320°F) through a heated hose . With a target thickness of 0.125 mm (5 mils), it was directly coated on a silicone-coated 55# encrypted kraft paper differential adhesive release liner to produce a core layer P, which was then wound into a roll.

1043 Table 7 Component types Component adhesive composition, parts by weight Adhesive surface layer O Adhesive surface layer P Pkg. PSA II 100 Pkg. PSA III 100 Tackifying resin RE80HP 40 39 Flame retardant EXOLIT IFR23 13.33 FR370 66. 67 49

04-08-2020 25

1046 Preparation of flame-retardant multilayer adhesive tape

1047 Cut the adhesive surface layers O and P about 1 meter (39 inches) long from the sample roll. Carefully laminate the above-mentioned silicone-coated 55# encrypted kraft paper differential adhesive lining on the uncoated side (side 2) of each sample. Then, the sample lined on both sides was passed through an electron beam processing device (ESI Electro Curtain) operated at an acceleration voltage of 180 keV and a speed of 6.1 m/min, and passed once on each side. Each side of each specimen received a measured electron beam dose of 8 Mrad.

1053 After peeling off the lining to expose one side of the adhesive surface layer P, use a 2 kg (4.5 lb) rubber roller to laminate the exposed side to a 0.025 mm (1 mil) thick core layer. On one side of the polyester film. In a similar manner, the adhesive surface layer O was laminated on the other side of the polyester film to form a multilayer adhesive tape.

1057 Test the weight, flame retardancy and tensile strength of the above adhesive tape (without lining) according to the BMS5-133C Boeing test method. The thickness of the adhesive tape is 0.30 mm (11 mils).

1059 Table 8 BMS 5-133C test, Type IV, Type 2 Results Requirements A. Maximum weight, ounces/yard² 8.8 9.0 B. Flame resistance (a) Maximum extinguishing time, seconds 12 15 (b) Maximum burning length, inches 5.5 5.5 8 (c) Maximum falling object burning time 0 5 C. Minimum tensile strength (a), pounds/inch 29.5 30.0

1063 (a) Measure with a crosshead speed of 2.54 cm/min.

1064 It is believed that the use of a thicker polyester film in the above-mentioned adhesive tape can provide an adhesive tape with tensile strength requirements.

1066 Example 1-3, 6-12 T-type peeling adhesive strength and 90°C peeling adhesive strength

1067 The T-type peel adhesive strength of the adhesive tapes of Examples 12, 1-3 and 6-11 were tested after 72 hours of aging at room temperature (RT) and 70°C. At the same time, after 72 hours of aging at room temperature and 70°C, the 90° peel adhesion strength of the above adhesive tape to the BMS4-2II Boeing floor (purchased from M.C.Gill, El Monte, CA) was tested. The results are listed in Table 9.

1071 Table 9 Example T-type peel strength to carpet backing, kN/m(piw) 90° peel adhesion strength to Boeing floor, kN/m(piw) Room temperature 70°C aging Room temperature 70°C aging 70°C Failure mode of aging sample 1 0.11 (0.6) 0.14 (0.8) 1.04 (5.89) 2.08 (11.81) Adhesive layer and/or core layer filament cohesion 2 0.14 (0.8) 0.16 (0.93) 1.29 (7.34) 2.2 (12.5) Filament clean stripping 3 0.21 (1.2) 0.21 (1.2) 1.62 (9.19) 2.66 (15.1) Filament 6 0.14 (0.8) 0.13 (0.74) 0.57 (3.21) 0.25 0.65 (3.67) 0.57 (3.21) 0.25 0.65 (3.67) (1.4) 0.37 (2.1) 0.93

(5.28) 0.94 (5.34) Clean stripping 8 0.07 (0.4) 0.09 (0.49) 1.32 (7.51) 0.77 (4.36) Core layer cracking 9 1.025 0.14 (0.8) (2.59) 0.80 (4.56) Clean strip 10 0 (0) 0 (0) 0.30 (1.72) 0.37 (2.1) Clean strip 11 0.14 (0.8) 0.14 (0.78) 0.53 (3.0) 0.56 (3.175) 12 0.14 (0.78) 0.15 (0.875) 0.38 (2.16) 0.47 (2.69) Clean stripping

1081 In the 90° room temperature peel adhesion test, all samples were cleanly peeled off the test substrate, leaving no visible residue.

1083 It can be seen from the above data that the adhesion value of Examples 1-3 to the Boeing floor after aging at 70°C is significantly higher than the adhesion value at room temperature. Therefore, it is believed that this indicates that these examples have better wet permeability to the substrate than the other tested examples. In addition, it is believed that Examples 1-3 provide general mounting adhesive tapes that are particularly suitable for stripping after use. It is also believed that reducing the amount of fiber-forming resin in Example

04-08-2020 26

8 will increase the cohesive strength of the core layer.

1089 Although the features of the preferred embodiments of the present invention have been discussed and described in detail, it is believed that those of ordinary skill in the art can make changes to the described embodiments. These improvements and changes are also included in the scope and spirit of the present invention as further described in the claims.

04-08-2020 27

CLAIMS CN1268706C

1.

13 A multilayer adhesive tape comprising: a first adhesive layer containing a pressure-sensitive adhesive; a core layer having an outer surface, the first adhesive layer being adhered to at least a part of the outer surface; and dispersed on the A fiber-reinforced material in the core layer and imparting tensile peelability to the adhesive tape, the fiber-reinforced material containing: (a) a substantially continuous viscoelastic fiber having yield strength and tensile breaking strength, said tensile breaking The strength is at least 150% of the yield strength; (b) a substantially continuous elastic fiber with a recovery rate greater than 50% after 100% stretching; or (c) a mixture of the substantially continuous viscoelastic fiber and the substantially continuous elastic fiber.

2.

23 The adhesive tape according to claim 1, characterized in that it further comprises a second adhesive layer, the outer surface comprises a first major surface and a second major surface, the first adhesive layer is bonded to the first major surface On the surface, the second adhesive layer is bonded to the second main surface, and the second adhesive layer contains selected from acrylic polymer, polyurethane, thermoplastic elastomer, block copolymer, polyolefin, silicone rubber, Rubber adhesives, blends of acrylic adhesives and rubber adhesives, and materials of their mixtures, the first adhesive layer contains selected from

acrylic polymers, polyurethanes, thermoplastic elastomers, embedded Segment copolymers, polyolefins, silicone rubbers, rubber adhesives, acrylic adhesives and rubber adhesive blends and materials of their mixtures.

3.

34 The adhesive tape according to claim 2, characterized in that it further contains a flame retardant placed in any one of the first adhesive layer, the second adhesive layer and the core layer, the flame retardant It is selected from antimony-free flame retardants, polybrominated biphenyl-free flame retardants, foaming flame retardants, and mixtures thereof.

04-08-2020 1

4.

41 The adhesive tape according to claim 3, which further contains a synergist.

5.

45 The adhesive tape according to claim 3, wherein the adhesive tape has passed (1) FAR§25.853 (July 1990), a 12-second vertical burning test; (2) FAR§25.853 (July 1990) Month), 60 seconds vertical burning test; (3) UL-94V-2 classification; (4) ASTME162 with a maximum flame spread index of 35; (5) Maximum burning and non-combustion type specific optical density is 100 maximum (1.5 minutes) And 200 max (4.0 minutes) ASTM E622; (6) BMS 5-133 released on September 29, 1993 except for tensile strength; or (7) BSS7239.

6.

53 The adhesive tape of claim 1, wherein the adhesive tape can be cleanly peeled off.

7.

57 The adhesive tape of claim 1, wherein the fiber reinforced material contains elastic microfibers containing thermoplastic elastomers.

8.

62 The adhesive tape of claim 1, wherein the fiber reinforced material comprises a material selected from the group consisting of homopolymer, copolymer, terpolymer or tetrapolymer or a mixture of polyolefin resins. Viscoelastic microfibers.

9.

68 The adhesive tape of claim 1, wherein the core layer contains a pressure sensitive adhesive.

10.

72 5. The adhesive tape of claim 1, wherein the adhesive tape has a peel adhesion force to stainless steel less than 5.25 kN/m (30 piw) after being placed at room temperature for 72 hours.

11.

77 An assembly comprising: a base; a carpet located on the base; and the adhesive tape of claim 1 interposed between the carpet and the base to bond the carpet to the base.

04-08-2020 2

12.

82 A method for peeling off the adhesive tape of claim 1 from a surface, characterized in that the method comprises pulling up from the surface at a speed of not more than 30 cm/min and an angle of not more than 45° with respect to the surface. The adhesive tape.

04-08-2020 3

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局(43) 国際公開日
2015年4月9日(09.04.2015)

(10) 国際公開番号

WO 2015/050239 A1

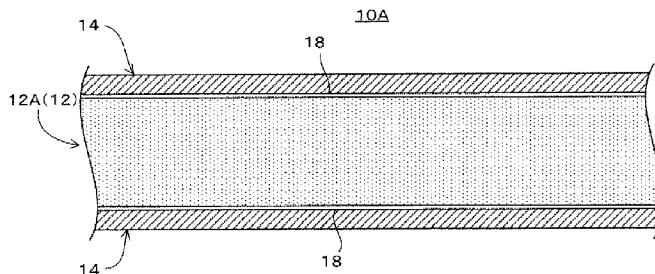
- (51) 国際特許分類:
B64D 11/00 (2006.01) *B32B 21/08* (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2014/076508
- (22) 国際出願日: 2014年10月3日(03.10.2014)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2013-207834 2013年10月3日(03.10.2013) JP
特願 2014-078369 2014年4月7日(07.04.2014) JP
- (71) 出願人: 横浜ゴム株式会社 (THE YOKOHAMA RUBBER CO., LTD.) [JP/JP]; 〒1058685 東京都港区新橋5丁目36番11号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: 田口 雄二 (TAGUCHI, Yuji); 〒2548601 神奈川県平塚市追分2番1号 横浜ゴム株式会社 平塚製造所内 Kanagawa (JP). 小林 孝史 (KOBAYASHI, Takafumi); 〒2548601 神奈川県平塚市追分2番1号 横浜ゴム株式会社 平塚製造所内 Kanagawa (JP). 廣瀬 彩乃 (HIROSE, Ayano); 〒2548601 神奈川県平塚市追分2番1号 横浜ゴム株式会社 平塚製造所内 Kanagawa (JP).
- (74) 代理人: 野田 茂 (NODA Shigeru); 〒1620825 東京都新宿区神楽坂4丁目2番地 山本ビル4階 Tokyo (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

[続葉有]

(54) Title: AIRCRAFT INTERIOR PANEL MATERIAL AND MANUFACTURING METHOD THEREFOR

(54) 発明の名称: 航空機内装品用パネル材およびその製造方法

[図2]



(57) Abstract: The present invention reduces environmental loads while meeting demands for cost reduction, strength, rigidity, flame retardancy, and weight reduction. This aircraft interior panel material (10A) is constructed with the inclusion of a core material (12) and a surfacing material (14) disposed on both surfaces of the core material (12). The core material (12) is constructed with a rectangular plate-like member (12A) of uniform thickness that is made of balsa wood, and thickness-direction surfaces of the plate-like member (12A) are both formed into a flat surface. The balsa wood is a lightweight natural material whereby environmental loads can be reduced. The thickness-direction surfaces of the plate-like member (12A) are both impregnated with a flame retardant (18) that makes the balsa wood harder to burn. The impregnation of the plate-like member (12A) with the flame retardant (18) may be achieved by spraying the flame retardant (18), by immersing the plate-like member (12A) in the flame retardant (18), or by applying a greater pressure than the pressure at the immersed depth of the plate-like member (12A) or pressure cycling to the plate-like member (12A) with the plate-like member (12A) immersed in the flame retardant (18).

(57) 要約:

[続葉有]



添付公開書類:

- 国際調査報告（条約第 21 条(3)）

コスト低減化、強度、剛性、難燃性、軽量化の要求を満たしつつ環境負荷を低減する。航空機内装品パネル材 10 A は、コア材 12 と、コア材 12 の両面に配置された表面材 14 とを含んで構成されている。コア材 12 は、バルサ材からなる均一の厚さの矩形の板状部材 12 A で構成され、板状部材 12 A の厚さ方向の両面は平坦面で形成されている。バルサ材は、軽量で環境負荷を軽減できる天然材料である。板状部材 12 A の厚さ方向の両面には、バルサ材を燃えにくくするための難燃剤 18 が含浸されている。板状部材 12 A への難燃剤 18 の含浸は、難燃剤 18 を噴霧することで、あるいは、難燃剤 18 に板状部材 12 A を浸漬することで、あるいは、難燃剤 18 に板状部材 12 A を浸漬した状態で、板状部材 12 A に板状部材 12 A が浸漬された深さによる圧力よりも大きな圧力もしくは圧力サイクルを掛けすることで行なうようにしてもよい。

明細書

発明の名称：航空機内装品用パネル材およびその製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、航空機内装品用パネル材およびその製造方法に関する。

背景技術

[0002] 航空機内装品として、例えば、航空機用化粧室ユニット、ギャレー、荷物入れなどが挙げられ、それら航空機内装品はパネル材を含んで構成されている。

航空機内装品用パネル材、例えば床パネル、壁パネル、天井パネルには強度、剛性が要求されることは無論のこと、さらに難燃性や軽量化が求められている。

そして、このようなパネル材は、アラミド繊維、ガラス繊維、アルミニウムなどからなるハニカム構造のコア材の両面に、繊維強化複合材料からなる表面材を貼着することで構成されている（特許文献1参照）。

先行技術文献

特許文献

[0003] 特許文献1：特開2000-238154号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0004] しかしながら、ハニカム構造のコア材は高価となりがちであり、また、廃棄時には焼却や埋設を行なう必要があり、環境負荷を低減する上で改善の余地がある。

本発明は前記事情に鑑み案出されたものであり、その目的は、コスト低減化、強度、剛性、難燃性、軽量化の要求を満たしつつ環境負荷を低減する上で有利な航空機内装品用パネル材およびその製造方法を提供することにある。

課題を解決するための手段

[0005] 上記目的を達成するために請求項 1 記載の発明は、コア材の両面に纖維強化複合材料からなる表面材が取着された航空機内装品用パネル材であって、前記コア材は、バルサ材からなる板状部材で構成され、前記板状部材の表面に難燃剤が含浸されていることを特徴とする。

請求項 2 記載の発明は、前記板状部材の表面には、前記表面から窪んで前記表面の表面積を増加させる複数の表面積増加用構造部が設けられていることを特徴とする。

請求項 3 記載の発明は、前記表面積増加用構造部は、前記板状部材にその厚さ方向に貫通された孔、前記板状部材の厚さ方向の深さを有し底部を有する凹部、前記板状部材の厚さ方向の両面にそれぞれ延在形成された凹溝のうちの一つまたはそれらの組み合わせで構成されていることを特徴とする。

請求項 4 記載の発明は、コア材の両面に纖維強化複合材料からなる表面材が取着された航空機内装品用パネル材の製造方法であって、前記コア材として、その表面に難燃剤を含浸させたバルサ材からなる板状部材を用いるようにしたことを特徴とする。

請求項 5 記載の発明は、前記板状部材の表面に前記難燃剤を含浸させる前に、前記板状部材の表面に、前記表面から窪んで前記表面の表面積を増加させる複数の表面積増加用構造部を設けるようにしたことを特徴とする。

請求項 6 記載の発明は、前記コア材の両面への前記表面材の取着は、前記コア材の両面へ前記表面材を積層した状態で加圧および加熱し、前記表面材に含浸されている樹脂を溶融して前記板状部材の表面および前記表面積増加用構造部に付着させることにより行なうようにしたことを特徴とする。

請求項 7 記載の発明は、前記板状部材の表面への前記難燃剤の含浸を、前記板状部材を前記難燃剤に浸漬させ、前記板状部材に前記板状部材が浸漬された深さによる圧力よりも大きな圧力を掛けた状態を所定の時間継続させることで行なうことを特徴とする。

発明の効果

[0006] 請求項 1 記載の発明によれば、コア材として安価で処分やりサイクル処理

が容易なバルサ材を用いたので、航空機内装品用パネル材のコスト低減化、強度、剛性、難燃性、軽量化の要求を満たしつつ環境負荷を低減する上で有利となる。

請求項2記載の発明によれば、表面積増加用構造部を設けたので、難燃剤が含浸する板状部材の表面積が増加し、より高い難燃性を確保する上で有利となり、また、航空機内装品用パネル材の軽量化を図れ、したがって、航空機内装品の軽量化をより一層図る上で有利となる。

請求項3記載の発明によれば、表面積増加用構造部を簡単な加工により航空機内装品用パネル材を形成でき、航空機内装品用パネル材のコスト低減化を図る上で有利となる。

請求項4記載の発明によれば、コア材として安価で処分やリサイクル処理が容易なバルサ材を用いたので、航空機内装品用パネル材のコスト低減化、強度、剛性、難燃性、軽量化の要求を満たしつつ環境負荷を低減する上で有利となる。

請求項5記載の発明によれば、表面積増加用構造部を設けたので、難燃剤が含浸する板状部材の表面積が増加し、より高い難燃性を確保する上で有利となり、また、航空機内装品用パネル材の軽量化を図れ、したがって、航空機内装品の軽量化をより一層図る上で有利となる。

請求項6記載の発明によれば、表面材と板状部材との接着面積が増加するため、表面材と板状部材との接着強度をより高め、航空機内装品用パネル材の強度を確保する上で有利となる。

請求項7記載の発明によれば、短時間で板状部材の表面に含浸させることが可能となり、高い難燃性を確保しつつ航空機内装品用パネル材の生産効率を高める上で有利となる。

図面の簡単な説明

[0007] [図1]第1の実施の形態の航空機内装品用パネル材の斜視図である。

[図2]第1の実施の形態の航空機内装品用パネル材の断面図である。

[図3]第1の実施の形態においてコア材を構成する板状部材に難燃剤を噴霧し

た状態を示す斜視図である。

[図4]第1の実施の形態においてコア材を構成する板状部材を難燃剤に浸漬した状態を示す説明図である。

[図5]第1の実施の形態においてコア材を構成する板状部材を難燃剤に浸漬すると共に難燃剤を加圧した状態を示す説明図である。

[図6]第2の実施の形態の航空機内装品用パネル材の斜視図である。

[図7] (A) 第2の実施の形態の航空機内装品用パネル材の断面図、(B) 表面材に含浸されている樹脂が溶融して表面積増加用構造部に付着した状態の説明図である。

[図8]第3の実施の形態の航空機内装品用パネル材の斜視図である。

[図9]第3の実施の形態の航空機内装品用パネル材の断面図である。

[図10]第4の実施の形態の航空機内装品用パネル材の斜視図である。

[図11]第4の実施の形態の航空機内装品用パネル材の断面図である。

[図12]第1の実験の実験結果を示す説明図である。

[図13]第2の実験の実験結果を示す説明図である。

発明を実施するための形態

[0008] (第1の実施の形態)

次に、第1の実施の形態の航空機内装品用パネル材10Aについて図1～図5を参照して説明する。

ここで、航空機内装品用パネル材とは、例えば、航空機用化粧室ユニットを構成するパネル材や、ギャレーを構成するパネル材や、荷物入れを構成するパネル材などを広く含む。

図1に示すように、航空機内装品用パネル材10Aは、コア材12と、コア材12の両面に取着された表面材14とを含んで構成されている。

コア材12は、バルサ材からなる均一の厚さの矩形の板状部材12Aで構成され、板状部材12Aの厚さ方向の両面は平坦面で形成されている。

なお、1本の原木から製材し得る単板の大きさには限りがあるため、板状部材12Aは、複数の单板を組み合わせて構成されている。

すなわち、細長形状に製材された複数の単板1202を幅方向に沿って並べることで、所望の大きさの板状部材12Aが構成されている。

また、複数の単板1202を幅方向に沿って並べると共に、複数の単板1202を厚さ方向に積層することで所望の厚さの板状部材12Aを構成するなど任意である。この場合、隣り合う単板1202の端面同士を接着剤で接着し、あるいは、積層された単板1202の側面同士を接着剤で接着するなど任意である。

バルサ材は、軽量で強度が大きく、軟らかいため加工が容易であるという特徴を有している。しかも、バルサ材は、天然材料であることから、処分やリサイクル処理が容易で環境負荷の軽減を図る上で有利である。

用いるバルサ材は、軽量化を図りつつ強度を確保する観点から、比重が0.90以上0.26以下が好ましく、0.90以上0.10以下がより好ましい。

また、バルサ材は、板木目に対する垂直面（木口面）を、表面材14が配置されるコア材12の表面として使用することが、強度を向上させる上で好ましい。

[0009] 図2に示すように、板状部材12Aの厚さ方向の両面には、バルサ材を燃えにくくするための難燃剤18が含浸されている。

難燃剤18としては、リン酸系、ホウ酸系、ケイ酸系、アルミニウム系、鉄系などの従来公知の様々な木材用の難燃剤が使用可能である。

板状部材12Aの厚さ方向の両面への難燃剤18の含浸は、種々の方法が考えられる。

例えば、図3に示すように、噴霧器2を用いて板状部材12Aの両面に難燃剤18を噴霧することで、あるいは、塗布することで行なうようにしてもよい。

あるいは、図4に示すように、容器4内の難燃剤18に板状部材12Aを浸漬することで行なうようにしてもよい。

あるいは、図5に示すように、容器6内の難燃剤18に板状部材12Aを

浸漬した状態で、板状部材 12A に板状部材 12A が浸漬された深さによる圧力（水圧）よりも大きな静圧もしくは板状部材 12A に浸漬された深さによる圧力（水圧）よりも大きな静圧サイクルを掛けすることで行なうようにしてもよい。板状部材 12A に浸漬された深さによる圧力よりも大きな圧力を掛けすると、短時間で板状部材 12A の表面に含浸させることが可能となり、高い難燃性を確保しつつ生産効率を高める上で有利となる。

[0010] 図 1、図 2 に示すように、表面材 14 は、板状部材 12A と同形同大の大きさを呈し、板状部材 12A の厚さ方向の両面に取着されて配置されている。

表面材 14 として纖維強化複合材料が用いられる。このような纖維強化複合材料としては、ガラス、アラミド、カーボンなどの織物や単纖維にフェノール樹脂やエポキシ樹脂を含浸させたシート状のプリプレグ材が用いられる。

また、各表面材 14 の板状部材 12A の厚さ方向の両面への取着は、板状部材 12A の厚さ方向の両面に表面材 14 を積層した状態で、加圧および加熱することにより、表面材 14 に含浸されている樹脂が熱硬化して板状部材 12A の厚さ方向の両面に接着することでなされる。

[0011] 本実施の形態の航空機内装品用パネル材 10A によれば、コア材 12 として軽量で強度が大きく、軟らかいため加工が容易なバルサ材を用いているので、航空機用化粧室ユニット、ギャレー、荷物入れなどの航空機内装品の軽量化を図る上で極めて有利となる。

また、コア材 12 として安価で処分やりサイクル処理が容易なバルサ材を用いたので、航空機内装品のコスト低減を図りつつ環境負荷を低減する上で有利となる。

また、板状部材 12A の表面に難燃剤 18 を含浸させたので、高い難燃性が確保された航空機内装品を得る上で有利となる。

[0012] (第 2 の実施の形態)

次に、第 2 の実施の形態の航空機内装品用パネル材 10B について図 6、

図7を参照して説明する。

なお、以下の実施の形態において、第1の実施の形態と同様の部分、部材については同一の符号を付してその説明を省略する。

なお、以下の実施の形態では、コア材12の構成が第1の実施の形態と異なり、コア材12以外の他の構成は第1の実施の形態と同様である。

第2の実施の形態では、コア材12を構成する板状部材12Aに、板状部材12Aの表面から窪んでその表面の表面積を増加させる複数の表面積増加用構造部16が設けられている。

本実施の形態では、表面積増加用構造部16は、板状部材12Aにその厚さ方向に貫通された孔1602で構成されている。

板状部材12Aに対する孔1602の形成は、例えば、ボール盤などの加工機械を用いてなされる。

そして、図7(A)に示すように、板状部材12Aの厚さ方向の両面と孔1602の内周面とに、バルサ材を燃えにくくするための難燃剤18が含浸されている。

板状部材12Aへの難燃剤18の含浸方法および表面材14の板状部材12Aへの取着は第1の実施の形態と同様である。

第2の実施の形態の航空機内装品用パネル材10Bによれば、第1の実施の形態と同様な効果が奏される他、難燃剤18が含浸する板状部材12Aの表面積が増加し、より高い難燃性を確保する上で有利となり、また、複数の表面積増加用構造部16を設けることで航空機内装品用パネル材10Aの軽量化を図れ、したがって、航空機内装品の軽量化をより一層図る上で有利となる。

また、表面積増加用構造部16(孔1602)が板状部材12Aの表面から窪んでいるため、板状部材12Aの厚さ方向の両面にシート状のプリプレグ材からなる表面材14を積層した状態で、加圧および加熱することにより板状部材12Aの厚さ方向の両面に接着する場合、表面材14に含浸されている樹脂が溶融して板状部材12Aの表面および表面積増加用構造部16(

孔 1602) に付着し接着面積が増加する。この表面材 14 に含浸されている樹脂が溶融して表面積増加用構造部 16 (孔 1602) に付着した状態を、図 7 (B) にハッチングおよび符号 17 で示す。これにより、表面材 14 と板状部材 12A との接着強度をより高め、航空機内装品用パネル材 10B の強度を確保する上で有利となる。

[0013] (第3の実施の形態)

次に、第3の実施の形態の航空機内装品用パネル材 10C について図 8、図 9 を参照して説明する。

第3の実施の形態は、第2の実施の形態と表面積増加用構造部 16 の構造が異なっており、他の構成は第2の実施の形態と同様である。

すなわち、表面積増加用構造部 16 は、板状部材 12A の厚さ方向の深さを有し、底部を有する凹部 1604 で構成されている。

この凹部 1604 は、板状部材 12A の厚さ方向の一方の面のみに形成されてもよく、厚さ方向の両面に形成されていてもよい。

板状部材 12A に対する凹部 1604 の形成は、例えば、ボール盤などの加工機械を用いてなされる。

板状部材 12A の厚さ方向の両面と凹部 1604 の内周面と凹部 1604 の底面とに、バルサ材を燃えにくくするための難燃剤 18 が含浸されている。

板状部材 12A への難燃剤 18 の含浸方法および表面材 14 の板状部材 12A への取着は第1の実施の形態と同様である。

第3の実施の形態の航空機内装品用パネル材 10C によれば、第2の実施の形態と同様な効果が奏される。

また、表面積増加用構造部 16 (凹部 1604) が板状部材 12A の表面から窪んでいるため、板状部材 12A の厚さ方向の両面にシート状のプリプレグ材からなる表面材 14 を積層した状態で、加圧および加熱することにより板状部材 12A の厚さ方向の両面に接着する場合、表面材 14 に含浸されている樹脂が溶融して板状部材 12A の表面および表面積増加用構造部 16

(凹部 1604) に付着し接着面積が増加する。これにより、表面材 14 と板状部材 12Aとの接着強度をより高め、航空機内装品用パネル材 10C の強度を確保する上で有利となる。

[0014] (第4の実施の形態)

次に、第4の実施の形態の航空機内装品用パネル材 10Dについて図 10 、図 11 を参照して説明する。

第4の実施の形態は、第2、第3の実施の形態と表面積増加用構造部 16 の構造が異なっており、他の構成は第2、第3の実施の形態と同様である。

すなわち、表面積増加用構造部 16 は、板状部材 12A の厚さ方向の両面にそれぞれ延在形成された凹溝 1610 で構成されている。

板状部材 12A に対する凹溝 1610 の形成は、例えば、フライス盤などの加工機械を用いてなされる。

板状部材 12A の表面である板状部材 12A の厚さ方向の両面と、複数の凹溝 1610 の表面とには、バルサ材を燃えにくくするための難燃剤 18 が含浸されている。

板状部材 12A の厚さ方向の両面と凹溝 1610 の表面とに、バルサ材を燃えにくくするための難燃剤 18 が含浸されている。

板状部材 12A への難燃剤 18 の含浸方法および表面材 14 の板状部材 12A への取着は第1の実施の形態と同様である。

[0015] なお、第4の実施の形態では、図 11 に示すように、各表面材 14 の板状部材 12A の厚さ方向の一方の面に延在形成された凹溝 1610 と、他方の面に延在形成された凹溝 1610 とは、それら凹溝 1610 の延在方向と直交する方向において交互に位置するように位置をずらして配置されている。したがって、コア材 12 の厚さを一様に保つとともに、コア材 12 の強度を一様に保つ上で有利となる。

[0016] 第4の実施の形態の航空機内装品用パネル材 10D によれば、第2、第3 の実施の形態と同様の効果が奏されることとは無論のこと、フライス盤を用いて短時間に複数の凹溝 1610 を板状部材 12A に形成することができるた

め、第2、第3の実施の形態のようにボール盤を用いて複数の孔1602、凹部1604を板状部材12Aに設ける場合に比較して、加工時間を低減できコストの低減を図る上でより有利となる。

また、表面積増加用構造部16(凹溝1610)が板状部材12Aの表面から窪んでいるため、板状部材12Aの厚さ方向の両面にシート状のプリプレグ材からなる表面材14を積層した状態で、加圧および加熱することにより板状部材12Aの厚さ方向の両面に接着する場合、表面材14に含浸されている樹脂が溶融して板状部材12Aの表面および表面積増加用構造部16(凹溝1610)に付着し接着面積が増加する。これにより、表面材14と板状部材12Aとの接着強度をより高め、航空機内装品用パネル材10Dの強度を確保する上で有利となる。

[0017] なお、第2～第4の実施の形態では、表面積増加用構造部16が、孔1602、凹部1604、凹溝1610の何れかで構成されている場合について説明したが、表面積増加用構造部16は、孔1602、凹部1604、凹溝1610のうちの一つまたはそれらの組み合わせで構成してもよい。

[0018] 次に、本実施の形態に係る航空機内装品用パネル材の実験結果について説明する。

以下のように第1の実験と第2の実験とを行った。

第1の実験では、板状部材12Aを難燃剤の溶液に浸漬させ板状部材12Aに圧力負荷をかけない状態で板状部材12Aの表面に難燃剤を含浸させた場合について燃焼試験を行った。

また、第2の実験では、板状部材12Aを難燃剤の溶液に浸漬させた状態で溶液に大きな水圧を掛けて板状部材12Aの表面に難燃剤を含浸させた場合について燃焼試験を行った。

[0019] (第1の実験)

第1の実験では、第1の実施の形態で示す航空機内装品用パネル材10Aについて、以下に示すような試料を作製し、連邦航空規則であるF A R 25 . 853 Appendix F Part I (a)(1)(i) に規定されてい

る燃焼試験 60 秒垂直燃焼試験（以下 F 1 試験という）を行った。その結果、航空機内装品用パネル材 10 A は難燃性要求を満たした。

F 1 試験において自己消火時間が 15 秒以下、燃焼長さが 6 インチ以下、ドリップ消火時間が 3 秒以下を合格とした。

作製した航空機内装品用パネル材 10 A は以下の通りである。

31 × 8 cm で厚さ 1 cm の矩形板状を呈する比重約 0.1 の板状部材 12 A を各種濃度のホウ酸系難燃剤の溶液に 24 時間浸漬させることで板状部材 12 A の表面に難燃剤を含浸させた。その結果、コア材 12 の比重は 0.11 ~ 0.16 となった。

[0020] 上記燃焼試験の具体的な内容について説明する。

処理前の板状部材 12 A の比重 : 0.098

板状部材 12 A の商品名 : B A L T E K (登録商標) S B (S B. 50)

板状部材 12 A のメーカー名 : 3A Composites

難燃剤 18 の商品名 : ファイアレス B (登録商標)

難燃剤 18 のメーカー名 : 株式会社トラストライフ

難燃剤 18 の各種濃度の溶液に浸漬後のコア材 12 の処理方法 : 室温で乾燥

[0021] 上記燃焼試験に際しては、図 12 に示すように、難燃剤 18 の濃度を変化させて実験例 1 ~ 3 の燃焼試験サンプルを作製した。

なお、燃焼試験サンプルは、上記の難燃剤 18 を含浸させた上記のコア材 12 を用い、コア材 12 の両面に以下の表面材 14 を接着したものである。

表面材 14 : ガラス／フェノールプリプレグ

図 12 に示すように、実施例 1、2、3 は F 1 試験に合格した。

[0022] (第 2 の実験)

第 2 の実験では、第 1 の実施の形態で示す航空機内装品用パネル材 10 A について、以下に示すような浸漬条件で試料を作製し、第 1 の実験と同様に F 1 試験を行った。その結果、航空機内装品用パネル材 10 A は難燃性要求

を満たした。

作製した航空機内装品用パネル材 10A は以下の通りである。

31 × 8 cm で厚さ 1 cm の矩形板状を呈する比重約 0.1 の板状部材 12A を 10 wt % の濃度のホウ酸系難燃剤の溶液に以下の浸漬条件で浸漬させることで板状部材 12A の表面に難燃剤を含浸させた。その結果、コア材 12 の比重は約 0.11 となった。

上記燃焼試験の具体的な内容については、第 1 の実験の場合と同様である。

上記燃焼試験に際しては、図 13 に示すように、浸漬条件を変化させて実験例 4～6 の燃焼試験サンプルを作製した。

なお、燃焼試験サンプルは、第 1 の実験と同様に、上記の難燃剤 18 を含浸させた上記のコア材 12 を用い、コア材 12 の両面にガラス／フェノールプリプレグの表面材 14 を接着したものである。

[0023] 浸漬条件は以下の通りである。

実験例 4：図 5 に示すように、容器 6 内の難燃剤 18 に板状部材 12A を浸漬した状態で 50 kPa の水圧を 5 分間掛け、次いで水圧の負荷を除いて 1 分間放置するサイクルを 4 時間繰り返した。

実験例 5：容器 6 内の難燃剤 18 に板状部材 12A を浸漬した状態で 50 kPa の水圧（静圧）を掛けて 4 時間放置した。

実験例 6：容器 6 内の難燃剤 18 に板状部材 12A を浸漬した状態で 100 kPa の水圧（静圧）を掛けて 2 時間放置した。

図 13 に示すように、実験例 4、5、6 は F1 試験に合格した。

したがって、板状部材 12A を難燃剤 18 の溶液に浸漬させた状態で溶液に大きな水圧を掛けることにより、2～4 時間程度の短時間で難燃剤 18 を板状部材 12A の表面に含浸させることができ、航空機内装品用パネル材 10A の難燃性を確保しつつ生産効率を高める上で有利となることが明らかとなった。

符号の説明

[0024] 10A、10B、10C、10D 航空機内装品用パネル材

12 コア材

12A 板状部材

14 表面材

16 表面積増加用構造部

1602 孔

1604 凹部

1610 凹溝

18 難燃剤

請求の範囲

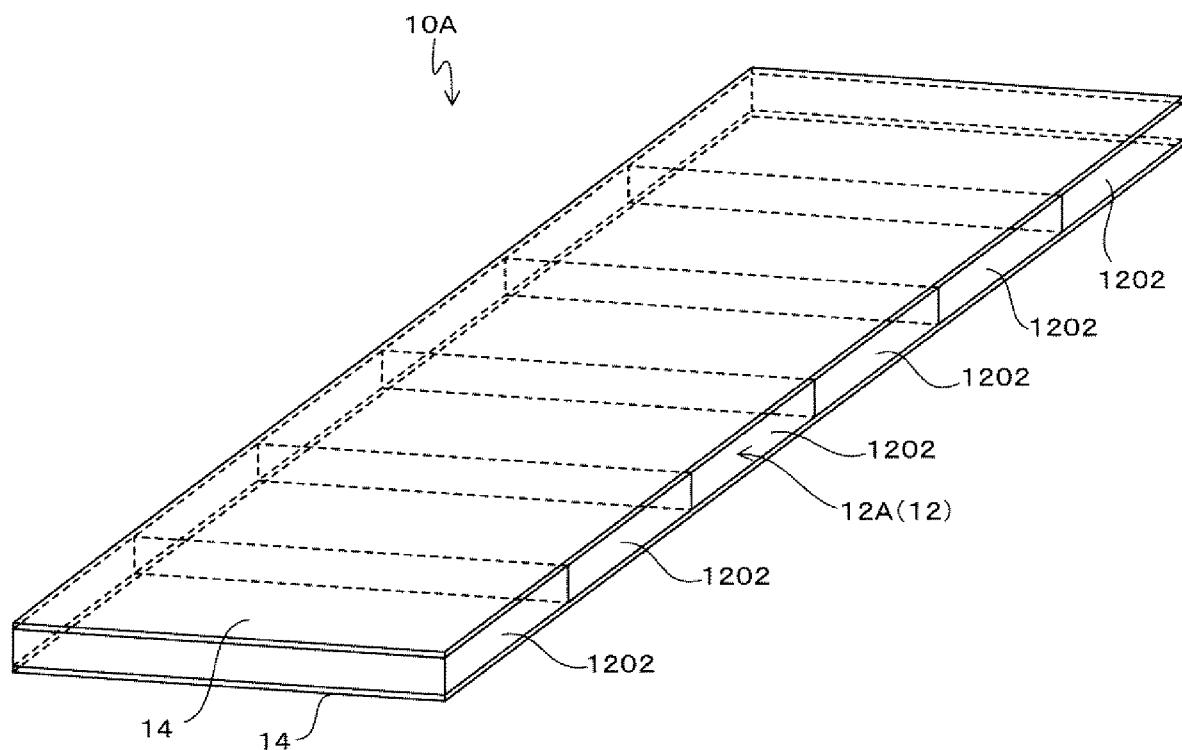
- [請求項1] コア材の両面に纖維強化複合材料からなる表面材が取着された航空機内装品用パネル材であって、
前記コア材は、バルサ材からなる板状部材で構成され、
前記板状部材の表面に難燃剤が含浸されている、
ことを特徴とする航空機内装品用パネル材。
- [請求項2] 前記板状部材の表面には、前記表面から窪んで前記表面の表面積を增加させる複数の表面積増加用構造部が設けられている、
ことを特徴とする請求項1記載の航空機内装品用パネル材。
- [請求項3] 前記表面積増加用構造部は、前記板状部材にその厚さ方向に貫通された孔、前記板状部材の厚さ方向の深さを有し底部を有する凹部、前記板状部材の厚さ方向の両面にそれぞれ延在形成された凹溝のうちの一つまたはそれらの組み合わせで構成されている、
ことを特徴とする請求項2記載の航空機内装品用パネル材。
- [請求項4] コア材の両面に纖維強化複合材料からなる表面材が取着された航空機内装品用パネル材の製造方法であって、
前記コア材として、その表面に難燃剤を含浸させたバルサ材からなる板状部材を用いるようにした、
ことを特徴とする航空機内装品用パネル材の製造方法。
- [請求項5] 前記板状部材の表面に前記難燃剤を含浸させる前に、前記板状部材の表面に、前記表面から窪んで前記表面の表面積を増加させる複数の表面積増加用構造部を設けるようにした、
ことを特徴とする請求項4記載の航空機内装品用パネル材の製造方法。
- [請求項6] 前記コア材の両面への前記表面材の取着は、前記コア材の両面へ前記表面材を積層した状態で加圧および加熱し、前記表面材に含浸されている樹脂を溶融して前記板状部材の表面および前記表面積増加用構造部に付着させることにより行なうようにした、

ことを特徴とする請求項5記載の航空機内装品用パネル材の製造方法。

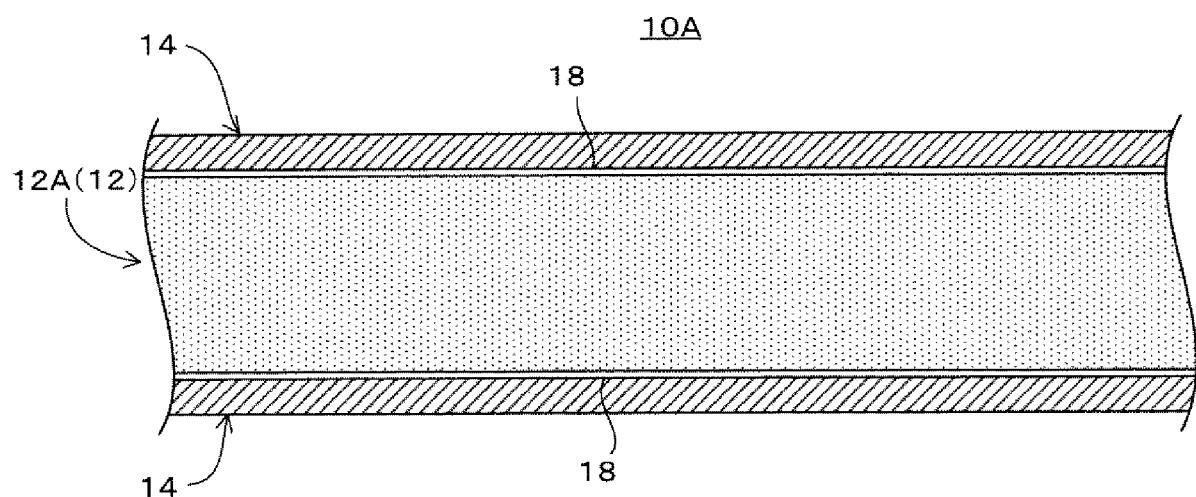
[請求項7] 前記板状部材の表面への前記難燃剤の含浸を、前記板状部材を前記難燃剤に浸漬させ、前記板状部材に前記板状部材が浸漬された深さによる圧力よりも大きな圧力を掛けた状態を所定の時間継続させることで行なう、

ことを特徴とする請求項4～6の何れか1項記載の航空機内装品用パネル材の製造方法。

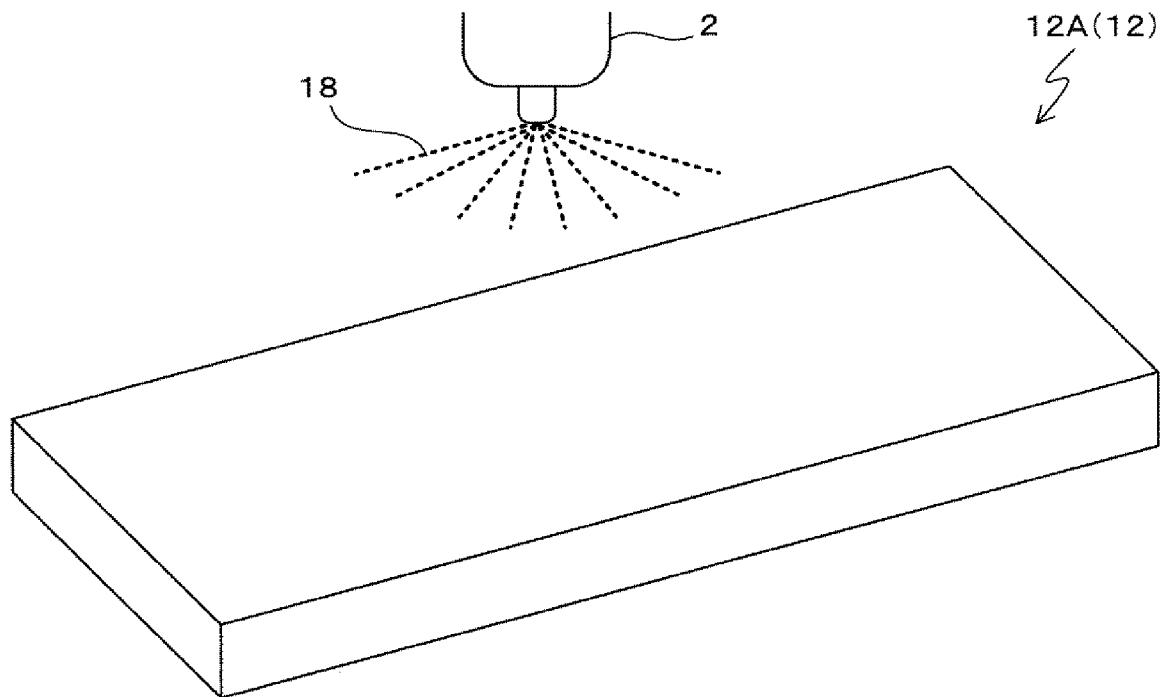
[図1]



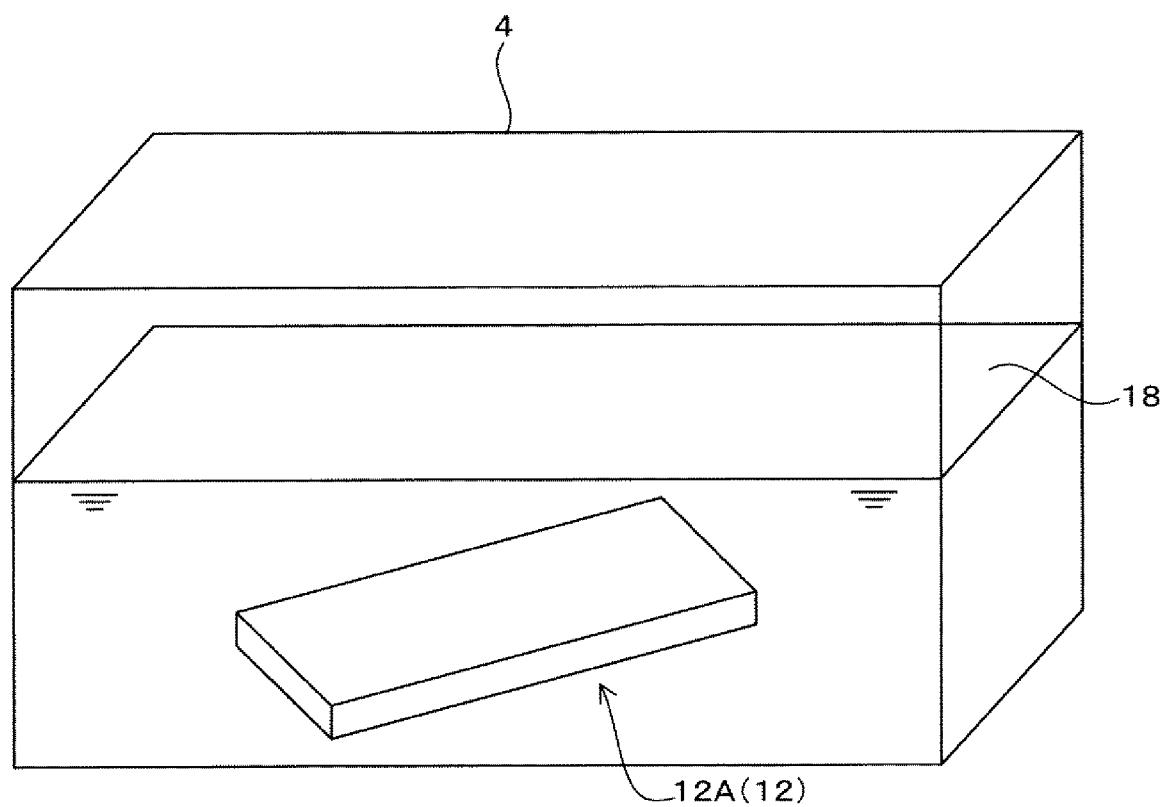
[図2]



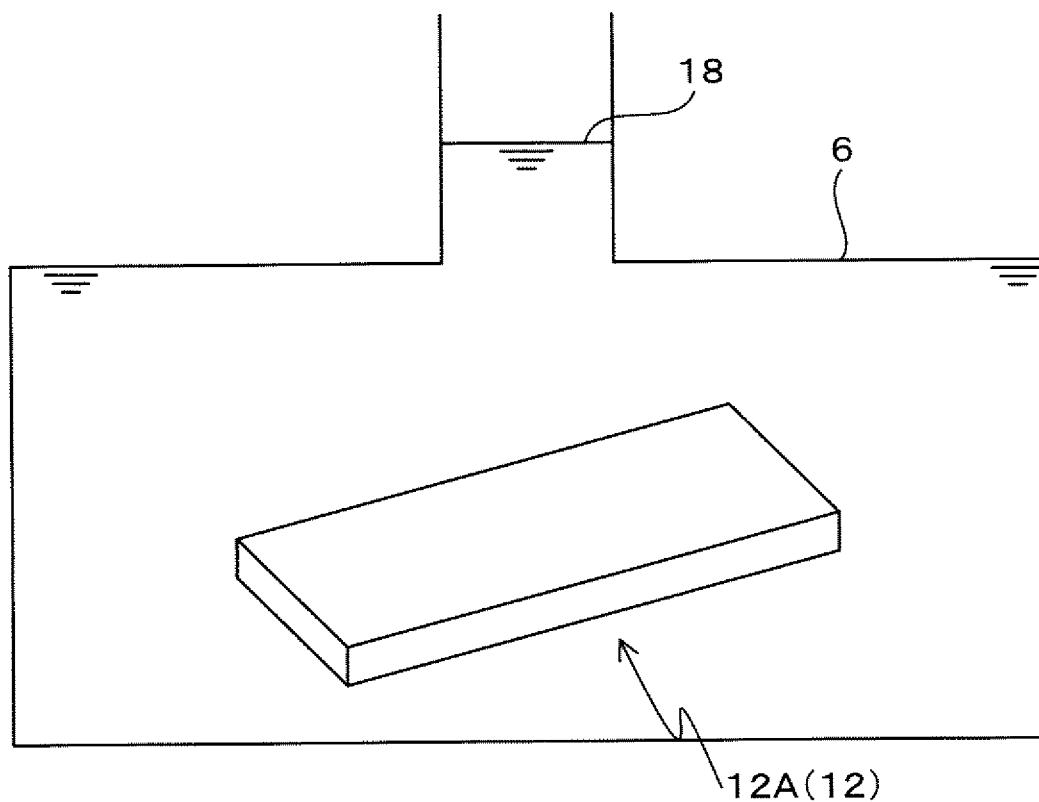
[図3]



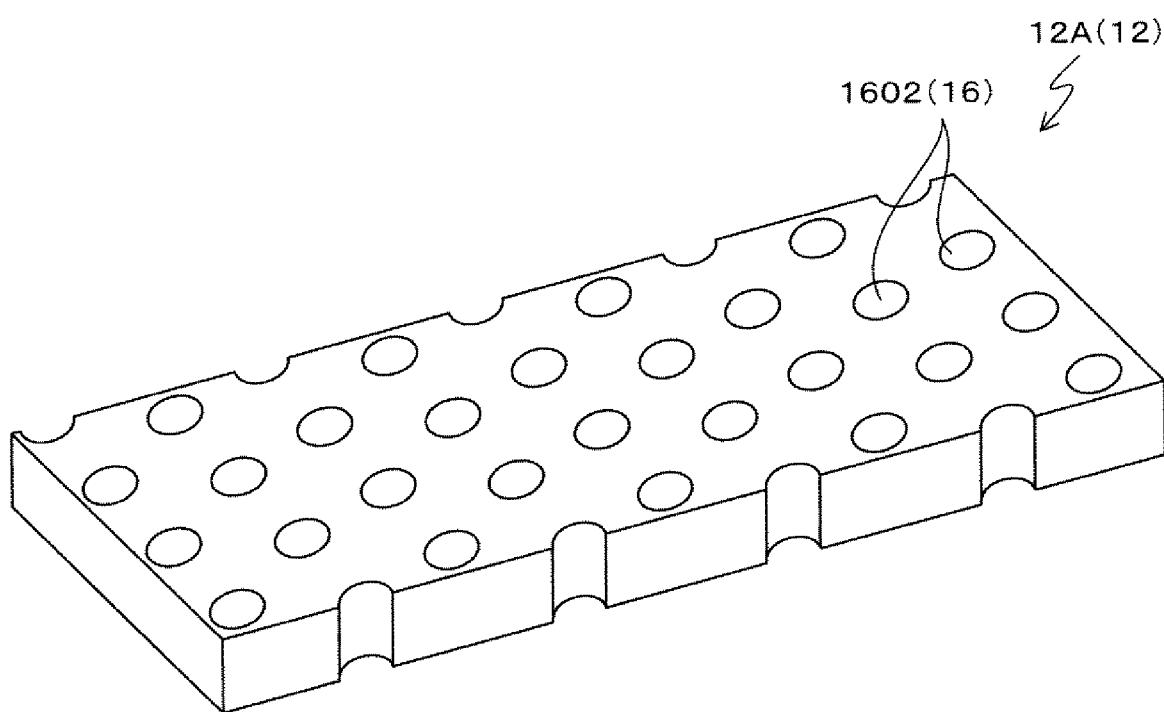
[図4]



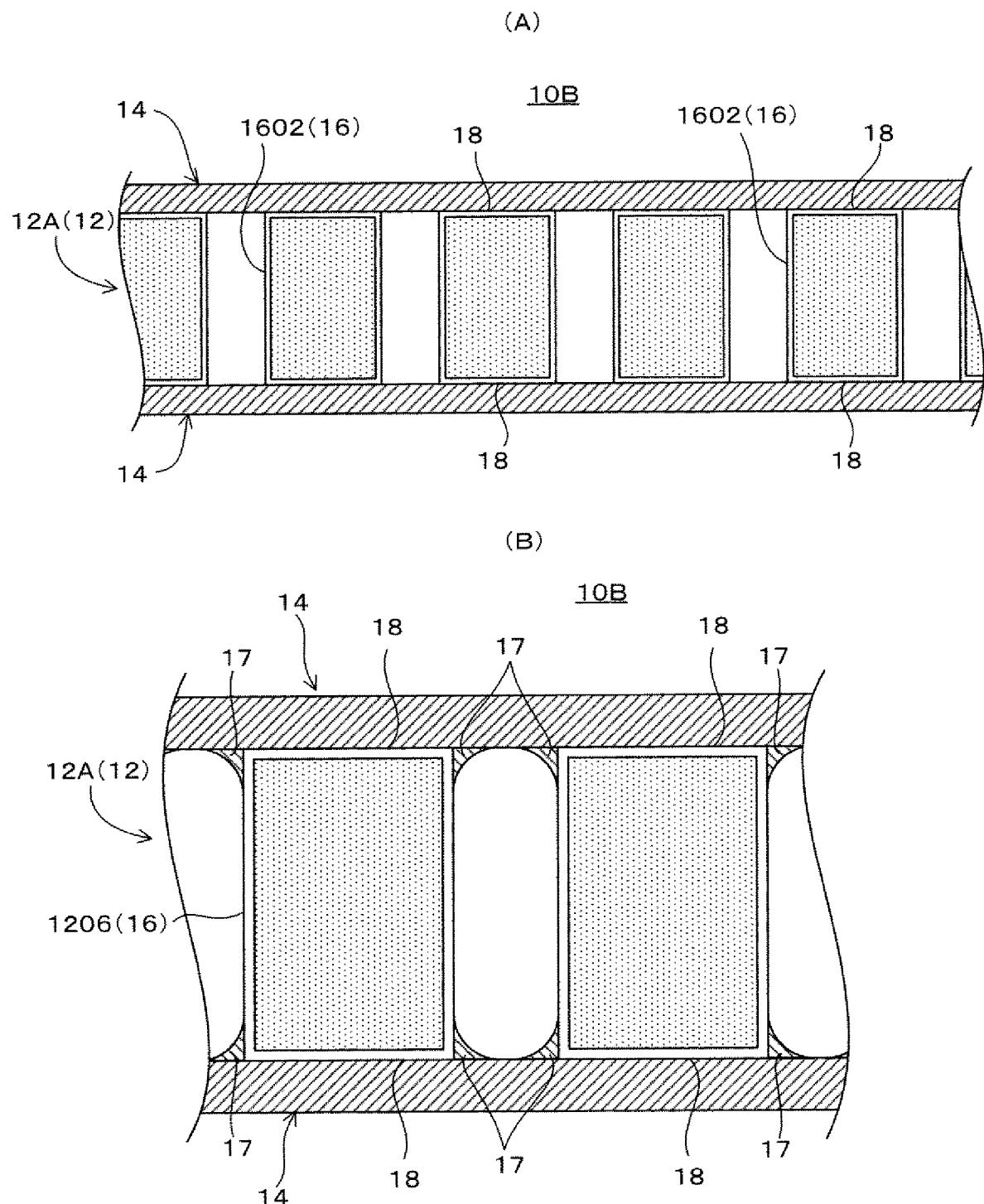
[図5]



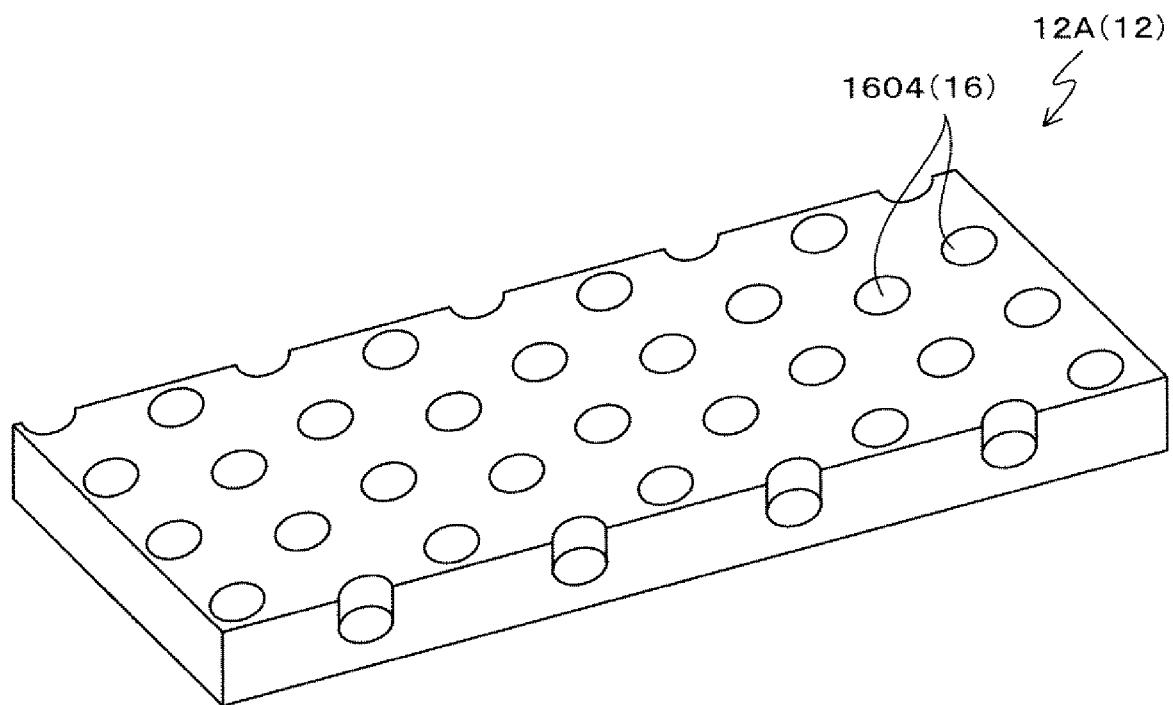
[図6]



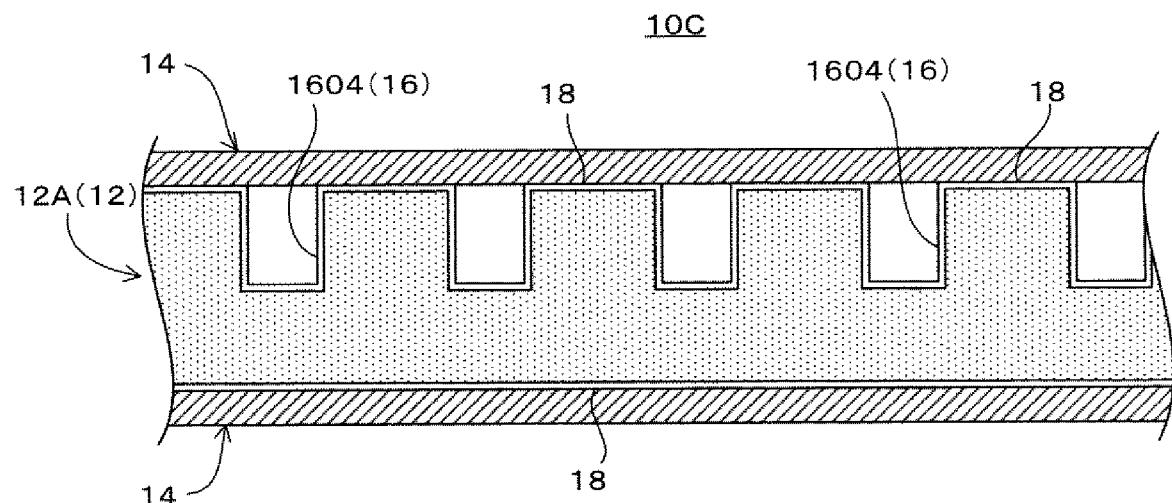
[図7]



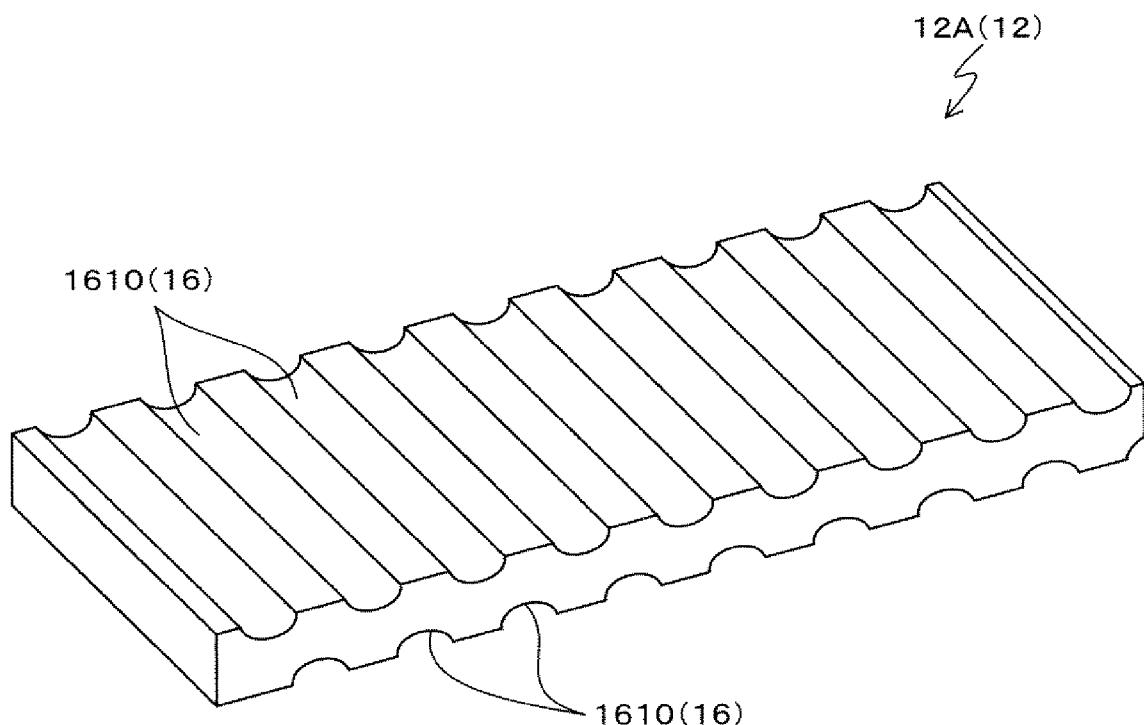
[図8]



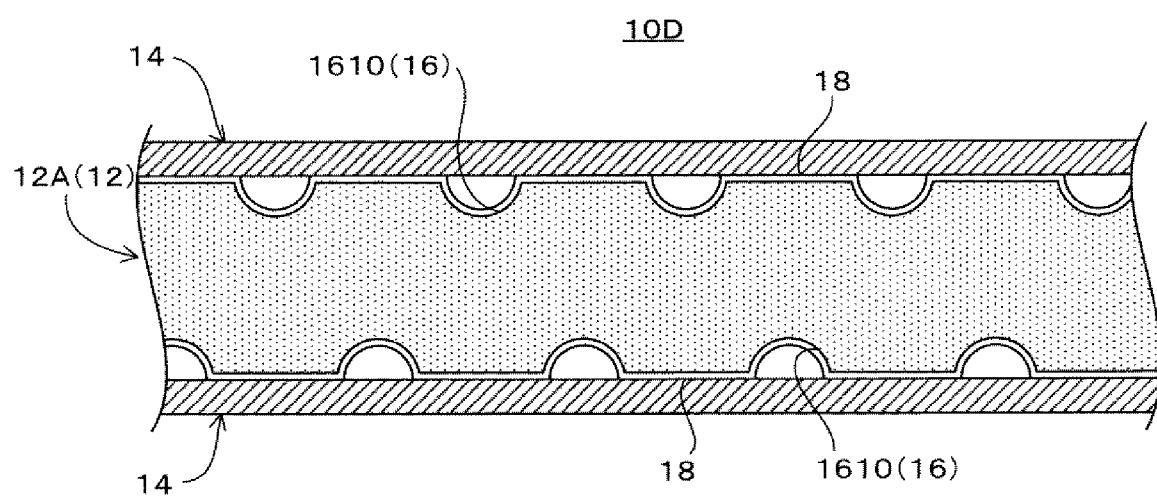
[図9]



[図10]



[図11]



[図12]

	実験例1	実験例2	実験例3
難燃剤の濃度(wt%)	10	20	30
難燃処理後のバルサ材比重	0.11	0.13	0.16
F1試験	合格	合格	合格

[図13]

	実験例4	実験例5	実験例6
浸漬条件	50kPaサイクル圧 ／4H	50kPa静圧 ／4H	100kPa静圧 ／2H
難燃剤の濃度(wt%)	10	10	10
難燃処理後のバルサ材比重	0.11	0.11	0.11
F1試験	合格	合格	合格

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2014/076508

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

B64D11/00 (2006.01) i, B32B21/08 (2006.01) i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

B64D11/00, B32B21/08

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2014
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2014	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2014

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y	JP 2012-126387 A (The Boeing Co.), 05 July 2012 (05.07.2012), paragraphs [0009], [0016], [0031], [0033] to [0034], [0041] to [0085]; fig. 1 to 11 & US 2012/0148824 A1 & EP 2463083 A2 & CA 2759976 A1 & CN 102555329 A	1, 4 2-3, 5-7
Y	JP 2003-146252 A (Toray Industries, Inc.), 21 May 2003 (21.05.2003), paragraphs [0024] to [0028]; fig. 5, 8 (Family: none)	2-3, 5-7

Further documents are listed in the continuation of Box C.

See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	"&" document member of the same patent family
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search
12 December, 2014 (12.12.14)

Date of mailing of the international search report
22 December, 2014 (22.12.14)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2014/076508

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 5-309792 A (Hamaguchi Keiki Kogyo Kabushiki Kaisha), 22 November 1993 (22.11.1993), paragraphs [0010] to [0011], fig. 1 to 2 (Family: none)	2-3.5-7
Y	JP 2010-095943 A (IHI Corp.), 30 April 2010 (30.04.2010), paragraphs [0015], [0019], [0024] to [0028]; fig. 1 (Family: none)	7
A	JP 2006-175606 A (Toyota Motor Corp.), 06 July 2006 (06.07.2006), paragraphs [0021] to [0025]; fig. 4 (Family: none)	6
A	JP 2003-211412 A (Asano Mokuzai Industry Co., Ltd.), 29 July 2003 (29.07.2003), paragraph [0004] & US 2005/0000111 A1 & EP 1452286 A1 & WO 2003/041925 A1 & DE 60210661 D & DE 60210661 T & CA 2475969 A & AT 322964 T & KR 10-2004-0066126 A	7
A	EP 1930138 A1 (MORALT TISCHLERPLATTEN GMBH & CO. KG), 11 June 2008 (11.06.2008), entire text; all drawings & DE 102008009478 A1	1-7
A	US 4741971 A (H. Nelson BECK), 03 May 1988 (03.05.1988), entire text; all drawings (Family: none)	7
A	JP 2006-002869 A (Toho Tenax Co., Ltd.), 05 January 2006 (05.01.2006), paragraphs [0010], [0012], [0021] (Family: none)	6

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC））

Int.Cl. B64D11/00(2006.01)i, B32B21/08(2006.01)i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（IPC））

Int.Cl. B64D11/00, B32B21/08

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2014年
日本国実用新案登録公報	1996-2014年
日本国登録実用新案公報	1994-2014年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
X	JP 2012-126387 A (ザ・ボーディング・カンパニー) 2012.07.05, [0009], [0016], [0031], [0033]-[0034], [0041]-[0085], 図1-11 & US 2012/0148824 A1 & EP 2463083 A2 & CA 2759976 A1 & CN 102555329 A	1, 4
Y	JP 2003-146252 A (東レ株式会社) 2003.05.21, [0024]-[0028], 図5,8 (ファミリーなし)	2-3, 5-7
Y	JP 5-309792 A (浜口計器工業株式会社) 1993.11.22, [0010]-[0011],	2-3, 5-7

 C欄の続きにも文献が列挙されている。 パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

- 「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
- 「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
- 「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）
- 「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
- 「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

- 「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
- 「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
- 「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
- 「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

12.12.2014

国際調査報告の発送日

22.12.2014

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官（権限のある職員）

黒田 晓子

3D 4853

電話番号 03-3581-1101 内線 3341

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
	図 1-2 (ファミリーなし)	
Y	JP 2010-095943 A (株式会社 I H I) 2010.04.30, [0015], [0019], [0024]-[0028], 図 1 (ファミリーなし)	7
A	JP 2006-175606 A (トヨタ自動車株式会社) 2006.07.06, [0021]-[0025], 図 4 (ファミリーなし)	6
A	JP 2003-211412 A (浅野木材工業株式会社) 2003.07.29, [0004] & US 2005/0000111 A1 & EP 1452286 A1 & WO 2003/041925 A1 & DE 60210661 D & DE 60210661 T & CA 2475969 A & AT 322964 T & KR 10-2004-0066126 A	7
A	EP 1930138 A1 (MORALT TISCHLERPLATTEN GMBH & CO. KG) 2008.06.11, 全文、全図 & DE 102008009478 A1	1-7
A	US 4741971 A (H. Nelson BECK) 1988.05.03, 全文、全図 (ファミリーなし)	7
A	JP 2006-002869 A (東邦テナックス株式会社) 2006.01.05, [0010], [0012], [0021] (ファミリーなし)	6

RESUMO WO2015050239A1 11 A presente invenção reduz as cargas ambientais, atendendo às demandas de redução de custos, resistência, rigidez, retardamento de chama e redução de peso. Este material do painel interior da aeronave (10A) é construído com a inclusão de um material do núcleo (12) e um material de revestimento (14) disposto em ambas as superfícies do material do núcleo (12). O material do núcleo (12) é construído com um membro em forma de placa retangular (12A) de espessura uniforme que é feita de madeira balsa, e as superfícies de direção da espessura do membro em forma de placa (12A) são ambas formadas em uma superfície plana. A madeira balsa é um material natural leve, pelo qual as cargas ambientais podem ser reduzidas. As superfícies de direção da espessura do elemento em forma de placa (12A) são impregnadas com um retardador de chama (18) que torna a madeira de balsa mais difícil de queimar. A impregnação do elemento em forma de placa (12A) com o retardador de chama (18) pode ser conseguida pulverizando o retardador de chama (18), imergindo o elemento em forma de placa (12A) no retardador de chama (18), ou por aplicar uma pressão maior do que a pressão na profundidade imersa do elemento em forma de placa (12A) ou ciclagem de pressão no elemento em forma de placa (12A) com o elemento em forma de placa (12A) imerso no retardador de chama (18).

04-08-2020 1

REIVINDICAÇÕES EP3053829A1

1. 14 Material do painel interior da aeronave, caracterizado pelo fato de que compreende: um membro central; e membros de superfície incluindo material compósito reforçado com fibra, os membros de superfície sendo fixados a ambas as superfícies do membro central, onde o membro central inclui um membro de placa composto de madeira balsa; e ambas as superfícies do membro da placa são impregnadas com um retardador de chama.
2. 22 Material de painel interior da aeronave, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que cada uma das superfícies do membro de placa é fornecida com uma pluralidade de componentes crescentes da área superficial recuados da superfície e configurados para aumentar a área superficial da superfície.
3. 29 Material de painel interior da aeronave, de acordo com a reivindicação 2, caracterizado pelo fato de que os componentes crescentes da área de superfície são constituídos por qualquer um de: um orifício que passa através do membro da placa em uma direção de espessura do mesmo, uma porção embutida com um fundo fechado que tem profundidade na direção do membro da placa e ranhuras formadas estendendo-se em ambas as superfícies do membro da placa na direção da espessura do membro da placa; ou uma combinação dos mesmos.

04-08-2020 1

4. 39 Método para fabricar um material de painel interior de aeronave fornecido com membros de superfície, incluindo material compósito reforçado com fibra fixado a ambas as superfícies de um membro central, em que ambas as superfícies de um membro de placa a serem usadas como membro central são impregnadas com retardador de chama.

5. 46 Método para fabricar um material de painel interior de aeronave, de acordo com a reivindicação 4, caracterizado pelo fato de compreender ainda: a disposição de uma pluralidade de componentes que aumentam a área de superfície em cada uma das superfícies do membro da placa antes da impregnação das superfícies do membro da placa com o retardador de chama, os componentes crescentes da área de superfície sendo recuados da superfície e configurados para aumentar a área de superfície da superfície.

6. 55 Método para fabricar um material de painel interior de aeronave, de acordo com a reivindicação 5, caracterizado pelo fato de que a fixação dos membros de superfície a ambas as superfícies do membro central é realizada por: após os membros de superfície serem colocados em camadas em ambas as superfícies do membro central, resina de fusão com a qual os membros da superfície foram impregnados pela aplicação de pressão e calor para unir a resina às superfícies do membro da placa e aos componentes crescentes da área da superfície.

7. 64 Método para fabricar um material de painel interior de aeronave, de acordo com qualquer uma das reivindicações 4 a 6, caracterizado pelo fato de que a impregnação das superfícies do membro da placa com o retardador de chama é realizada por: ao imergir o membro da placa no retardador de chama e aplicar uma pressão maior que uma pressão a uma profundidade em que o membro da placa está imerso no membro da placa, mantendo esse estado por um período de tempo predeterminado.

04-08-2020 2

DESCRIÇÃO EP3053829A1 11 Campo técnico

[0001] 15 A presente invenção refere-se a um material de painel interior de aeronave e a um método de fabricação do mesmo. 17 Arte de fundo

[0002] 21 Os componentes internos de uma aeronave, como lavatórios, cozinhas, compartimentos de bagagem, são constituídos por membros do painel. 23 Embora seja necessário que os membros do painel interno de uma aeronave, como painéis de piso, painéis de parede e teto, sejam fortes e rígidos, também são exigidos retardador de chama e redução de peso. Esse membro do painel com uma configuração na qual um membro da superfície, incluindo material compósito reforçado com fibra, é aderido a ambas as superfícies de um núcleo alveolado, incluindo fibra de aramida, fibra de vidro, alumínio ou similares (ver Documento de Patente 1). 29 Lista de citações 30 Literatura sobre patentes

[0003] 34 Documento de patente 1: Publicação do pedido de patente não examinada no Japão 2000238154A 36 Resumo da Invenção 37 Problema técnico

04-08-2020 1

[0004] 41 No entanto, os núcleos do favo de mel tendem a ser caros e devem ser incinerados ou enterrados ao serem descartados. 43 Como tal, há espaço para melhorias para reduzir o impacto ambiental dos núcleos do favo de mel. À luz do exposto acima, um objetivo da presente invenção é fornecer um material de painel interior da aeronave e um método de fabricação do mesmo que atenda aos requisitos de redução de custo, resistência, rigidez,

retardo de chama e redução de peso e possa auxiliar no impacto ambiental redução. 48

Solução para o Problema

[0005] 52 Para alcançar o objetivo descrito acima, a invenção da reivindicação 1 é um material do painel interior da aeronave incluindo um membro central; e membros de superfície, incluindo material compósito reforçado com fibra, os membros de superfície sendo fixados a ambas as superfícies do membro central. Nesse material de painel interior de aeronave, o membro central inclui um membro de placa composto de madeira balsa, e ambas as superfícies do membro de placa são impregnadas com um retardador de chama. De acordo com a invenção da reivindicação 2, cada uma das superfícies do elemento de placa é fornecida com uma pluralidade de componentes que aumentam a área da superfície recuados da superfície e configurados para aumentar a área da superfície da superfície.

[0006] 64 De acordo com a invenção, de acordo com a reivindicação 3, os componentes que aumentam a área de superfície são constituídos por qualquer um de: um orifício que passa através do membro da placa na direção da espessura da mesma, uma porção rebaixada com um fundo fechado que tem profundidade na direção da espessura da membro da placa e ranhuras formadas estendendo-se em ambas as superfícies do membro da placa na direção da espessura do membro da placa; ou uma combinação dos mesmos. A invenção da reivindicação 4 é um método de fabricar um material de painel interior de aeronave fornecido com membros de superfície, incluindo material compósito reforçado com fibra fixado a ambas as superfícies de um membro central, em que ambas as superfícies de um membro de placa a serem usadas como membro central são impregnadas com retardador de chamas.

[0007] 77 A invenção da reivindicação 5 inclui a disposição de uma pluralidade de componentes crescentes da área de superfície em cada uma das superfícies do membro da placa antes da impregnação das superfícies do membro da placa com o retardador de chama, os

04-08-2020 2

componentes crescentes da área da superfície sendo recuados da superfície e configurado para aumentar a área da superfície. De acordo com a invenção, de acordo com a reivindicação 6, a fixação dos membros da superfície em ambas as superfícies do membro central é realizada por: após os membros da superfície serem colocados em camadas em ambas as superfícies do membro central, resina fundida com a qual os membros da superfície foram impregnados por aplicar pressão e calor para unir a resina às superfícies do membro da placa e aos componentes crescentes da área da superfície. De acordo com a invenção, de acordo com a reivindicação 7, a impregnação das superfícies do membro da placa com o retardador de chama é realizada por: ao imergir o membro da placa no retardador de chama e aplicar uma pressão maior que uma pressão a uma profundidade em que o membro da placa é imerso no membro da placa, mantendo esse estado por um período de tempo predeterminado.

91 Efeito vantajoso da invenção

[0008] 95 De acordo com a invenção, de acordo com a reivindicação 1, porque a madeira de balsa, que é barata e fácil de manusear em termos de descarte e reciclagem, é usada como

membro central, vantagens em termos de requisitos de redução de custo, resistência, rigidez, retardamento de chama e redução de peso sendo satisfeita e impacto ambiental sendo reduzido. De acordo com a invenção, de acordo com a reivindicação 2, porque os componentes que aumentam a área de superfície são fornecidos, a área de superfície do membro da placa a ser impregnada com o retardador de chama é aumentada e são obtidas vantagens em termos de garantir maior retardamento de chama. Além disso, são obtidas vantagens em termos de redução adicional de peso dos componentes internos de uma aeronave, reduzindo o peso do material do painel interno da aeronave. De acordo com a invenção, de acordo com a reivindicação 3, porque o material do painel interior da aeronave pode ser formado com componentes crescentes da área da superfície facilmente usinados, são obtidas vantagens em termos de redução de custos do material do painel interior da aeronave.

108 De acordo com a invenção, de acordo com a reivindicação 4, porque a madeira de balsa, que é barata e fácil de manusear em termos de descarte e reciclagem, é usada como membro central, vantagens em termos de requisitos de redução de custos, resistência, rigidez, retardamento de chama e redução de peso sendo satisfeita e impacto ambiental sendo reduzido. De acordo com a invenção, de acordo com a reivindicação 5, porque os componentes que aumentam a área de superfície são fornecidos, a área de superfície do membro da placa a ser impregnada com o retardador de chama é aumentada e são obtidas vantagens em termos de garantir maior retardamento de chama. Além disso, são obtidas vantagens em termos de redução adicional de peso dos componentes internos de uma aeronave, reduzindo o peso do material do painel interno da aeronave. De acordo com a invenção, de acordo com a reivindicação 6, devido ao aumento da área de adesão entre os membros da superfície e o membro da placa, a resistência do adesivo entre os membros da superfície e o membro da placa é aumentada e as vantagens em termos de segurança da resistência do material do painel interior da aeronave são obtidos.

04-08-2020 3

122 De acordo com a invenção da reivindicação 7, as superfícies do membro da placa podem ser impregnadas em um curto período de tempo. Como resultado, podem ser obtidas vantagens em termos de aumento de produtividade, mantendo um alto retardo de chama.

125 Breve descrição dos desenhos

[0009] 129 FIG. 1: é uma vista em perspectiva de um material do painel interior da aeronave de uma primeira modalidade. FIG. 2: é uma vista em seção transversal do material do painel interior da aeronave da primeira modalidade. FIG. 3: é uma vista em perspectiva ilustrando um retardador de chama sendo pulverizado sobre um membro da placa que compõe um membro do núcleo de acordo com a primeira modalidade. FIG. 4: é uma vista explicativa que ilustra o membro de placa que compõe o membro de núcleo sendo imerso no retardador de chama de acordo com a primeira modalidade. FIG. 5: é uma vista explicativa que ilustra o membro de placa que compõe o membro de núcleo sendo imerso no retardador de chama e o retardador de chama sendo pressurizado de acordo com a primeira modalidade. FIG. 6: é uma vista em perspectiva de um material do painel interior da aeronave de uma segunda modalidade. FIG. 7A: é uma vista em seção transversal do material do painel interior da aeronave da segunda modalidade; FIG. 7B é uma vista explicativa que ilustra a resina, com a qual os membros da superfície são impregnados, derretidos e ligados a componentes crescentes da área da

superfície. 143 FIG. 8: é uma vista em perspectiva de um material do painel interior da aeronave de uma terceira modalidade. FIG. 9: é uma vista em seção transversal do material do painel interior da aeronave da terceira modalidade. FIG. 10: é uma vista em perspectiva de um material de painel interior de aeronave de uma quarta modalidade. FIG. 11: é uma vista em seção transversal do material do painel interior da aeronave da quarta modalidade. FIG. 12: é uma vista explicativa que mostra os resultados do experimento de um primeiro experimento. FIG. 13: é uma vista explicativa que mostra os resultados do experimento de um segundo experimento. 151 Descrição das Modalidades 152 Primeira Modalidade

[0010] 156 Em seguida, um material do painel interior da aeronave 10A da primeira modalidade é descrito com referência às FIGS. 1 a 5. "Material do painel interior da aeronave" refere-se amplamente a um material do painel, como um material do painel que compõe uma unidade de lavatório da aeronave, um material do painel que compõe uma cozinha, um material do painel que compõe um compartimento de bagagem e similares. Como ilustrado na FIG. 1, o material do painel interior da aeronave 10A inclui um membro central 12 e membros de superfície 14 presos a ambas as superfícies do membro central 12. O membro central 12 inclui um membro de placa 12A composto de madeira balsa e com uma forma retangular e espessura uniforme. Ambas

04-08-2020 4

as superfícies do membro de placa 12A na direção da espessura são superfícies planas. Observe que o tamanho de uma única placa feita a partir de uma única peça de madeira é limitado e, portanto, o membro da placa 12A é constituído por uma combinação de placas únicas. Mais especificamente, as placas individuais 1202 formadas em uma forma alongada são alinhadas na direção da largura para formar o membro da placa 12A para um tamanho desejado.

170 Além disso, além de alinhar as placas individuais 1202 na direção da largura, as placas individuais 1202 também podem ser colocadas em camadas na direção da espessura para formar o membro da placa 12A para uma espessura desejada. Nesse caso, as placas individuais adjacentes 1202 podem ser aderidas juntas nas superfícies terminais da mesma por adesivo, e as placas individuais em camadas 1202 podem ser aderidas juntas nas superfícies laterais da mesma por adesivo. A madeira de balsa é leve e resistente e pode ser usinada facilmente devido à sua suavidade. Além disso, a madeira de balsa é um material natural, o que significa que é fácil de manusear em termos de descarte e reciclagem, auxiliando na redução do impacto ambiental. Do ponto de vista da obtenção de uma boa razão força / peso, a gravidade específica da madeira de balsa usada é preferencialmente de 0,090 a 0,26, ambos inclusive, e mais preferencialmente de 0,090 a 0,10, ambos inclusive. Além disso, da perspectiva de aumentar a resistência, a madeira de balsa é preferencialmente usada com as superfícies perpendiculares ao grão da placa (superfícies de grão final) como as superfícies do elemento central 12 sobre o qual os elementos superficiais 14 estão dispostos.

[0011] 188 Como ilustrado na FIG. 2, ambas as superfícies do elemento de placa 12A na direção da espessura são impregnadas com retardador de chama 18, o que reduz a inflamabilidade da madeira de balsa. Retardadores de chama conhecidos para madeira como retardantes de chama à base de ácido fosfórico, ácido bórico, ácido silícico, alumínio e ferro

podem ser utilizados como retardadores de chama 18. Podem ser considerados vários métodos de impregnar ambas as superfícies do elemento de placa 12A na direção da espessura com o retardador de chama 18. Por exemplo, um pulverizador 2 pode ser usado para pulverizar o retardador de chama 18 em ambas as superfícies do elemento de placa 12A, como ilustrado na FIG. 3, ou o retardador de chama 18 pode ser aplicado a ambas as superfícies do elemento de placa 12A. Alternativamente, o elemento de placa 12A pode ser imerso no retardador de chama 18 dentro de um recipiente 4, como ilustrado na FIG. 4) Como outra alternativa, como ilustrado na FIG. 5, o membro da placa 12A, ao ser imerso no retardador de chama 18 em um recipiente 6, pode ser submetido a pressão estática maior que a pressão (pressão da água) na profundidade em que o membro da placa 12A está imerso, ou ciclos de pressão estática maior que a pressão (pressão da água) na profundidade em que o membro da placa 12A está imerso. 204 Ao sujeitar o membro da placa 12A a uma pressão maior do que a pressão na profundidade em que o membro da placa 12A está imerso, as superfícies do membro da placa 12A podem

04-08-2020 5

ser impregnadas em um curto período de tempo. Como resultado, são obtidas vantagens em termos de aumento de produtividade, mantendo um alto retardo de chama.

[0012] 211 Como ilustrado nas FIGS. 1 e 2, os membros de superfície 14 têm a mesma forma e dimensões do membro de placa 12A e são dispostos aderidos a ambas as superfícies do membro de placa 12A na direção da espessura. Material compósito reforçado com fibra pode ser usado como membros da superfície 14. Como um material compósito reforçado com fibra, pode ser utilizado um pré-impregnado em forma de folha composto por tecido ou fibra de vidro / aramida / carbono que foi impregnado com resina fenólica ou resina epóxi. Além disso, os elementos de superfície 14 são fixados a ambas as superfícies do elemento de chapa 12A na direção da espessura: colocando em camadas os elementos de superfície 14 em ambas as superfícies do elemento de chapa 12A na direção de espessura e aplicando pressão e calor à superfície elementos 14, fazendo com que a resina com a qual os elementos de superfície 14 tenham sido impregnados para curar termicamente e aderindo os elementos de superfície 14 a ambas as superfícies do elemento de placa 12A na direção da espessura.

[0013] 226 De acordo com o material do painel interno da aeronave 10A da presente modalidade, porque a madeira de balsa, que é leve e resistente e facilmente usinável devido à sua suavidade, é usada como elemento central 12, grandes vantagens em termos de redução de peso dos componentes internos de uma aeronave, como unidades de lavatório, cozinhas, compartimentos de bagagem e similares, são obtidas. Além disso, como a madeira balsa, que é barata e fácil de manusear em termos de descarte e reciclagem, é usada como membro central 12, são obtidas vantagens em termos de redução do custo dos componentes internos de uma aeronave e do impacto ambiental . Além disso, como as superfícies do elemento de chapa 12A são impregnadas com o retardador de chama 18, são obtidas vantagens em termos de garantir o alto retardo de chama dos componentes internos de uma aeronave. 236 Segunda Modalidade

[0014] 240 Em seguida, um material do painel interior da aeronave 10B da segunda modalidade é descrito com referência às FIGS. 6 e 7A, 7B. Nesta modalidade, componentes

idênticos aos da primeira modalidade recebem números de referência idênticos e descrições detalhadas dos mesmos são omitidas. Observe que na modalidade a seguir, a configuração do membro central 12 é diferente daquela da primeira modalidade e as configurações dos componentes que não sejam o membro central 12 são semelhantes às da primeira modalidade. Na segunda modalidade, uma pluralidade de componentes crescentes da área de superfície 16 é fornecida no elemento de placa 12A que compõe o elemento central 12. Os componentes que

04-08-2020 6

aumentam a área da superfície 16 são recuados das superfícies do elemento de placa 12A para aumentar a sua superfície. Na presente modalidade, cada um dos componentes crescentes da área de superfície 16 é constituído por um orifício 1602 que passa através do elemento de placa 12A na direção da espessura. A forma do furo 1602 no elemento de chapa 12A é feita usando uma ferramenta de usinagem, como uma máquina de perfuração, por exemplo.

254 Além disso, como ilustrado na FIG. 7A, ambas as superfícies do elemento de placa 12A na direção da espessura e as superfícies circunferenciais internas dos furos 1602 são impregnadas com o retardador de chama 18, o que reduz a inflamabilidade da madeira de balsa. O método de impregnar o elemento de chapa 12A com o retardador de chama 18 e a fixação dos elementos de superfície 14 ao elemento de chapa 12A são semelhantes aos da primeira modalidade. De acordo com o material do painel interior da aeronave 10B da segunda modalidade, é obtido um efeito semelhante ao da primeira modalidade. Para além deste efeito, são obtidas vantagens em termos de garantir um maior retardamento da chama, porque a área da superfície do elemento de chapa 12A impregnada com o retardador de chama 18 é aumentada. Além disso, são obtidas vantagens em termos de redução adicional de peso dos componentes internos de uma aeronave, fornecendo uma pluralidade de componentes crescentes da área de superfície 16 com a finalidade de reduzir o peso do material do painel interno da aeronave 10B. Além disso, como os componentes crescentes da área da superfície 16 (orifícios 1602) são recuados das superfícies do elemento de placa 12A, a área de adesão entre os mesmos aumenta. 269 Isso ocorre porque no caso dos elementos de superfície 14, cada um constituído por um préimpregnado em forma de folha, sendo mergulhado em ambas as superfícies do elemento de chapa 12A na direção da espessura, em seguida, os elementos de superfície 14 sendoaderidos às duas superfícies do elemento de chapa 12A na direção da espessura, aplicando pressão e calor, a resina com a qual os membros da superfície 14 foram impregnados derrete e se liga à superfície do membro da placa 12A e aos componentes crescentes da área da superfície 16 (orifícios 1602). A resina com a qual os membros da superfície 14 foram impregnados no estado de serem derretidos e ligados aos componentes crescentes da área da superfície 16 (orifícios 1602) é ilustrada na FIG. 7B por hachura e o sinal de referência 17. Como resultado desta configuração, a resistência adesiva entre os membros da superfície 14 e o membro da placa 12A é aprimorada e são obtidas vantagens em termos de garantir a resistência do material do painel interno da aeronave 10B.
281 Terceira Modalidade

[0015] 285 Em seguida, um material do painel interior da aeronave 10C da terceira modalidade é descrito com referência às FIGS. 8 e 9. Na terceira modalidade, a configuração do

componente de aumento da área de superfície 16 é diferente da da segunda modalidade, e as configurações dos componentes que não sejam o componente de aumento da área de superfície 16 são semelhantes às da segunda modalidade. Especificamente, o componente de aumento da

04-08-2020 7

área de superfície 16 é constituído por uma porção rebaixada 1604 com um fundo fechado que possui profundidade na direção da espessura do elemento de placa 12A. A porção rebaixada 1604 pode ser formada em apenas uma superfície do elemento de placa 12A na direção da espessura ou pode ser formada em ambas as superfícies na direção da espessura. A forma da porção rebaixada 1604 no elemento de placa 12A é feita usando uma ferramenta de usinagem, como uma máquina de perfuração, por exemplo. Ambas as superfícies do membro de placa 12A na direção da espessura e as superfícies circunferenciais internas e as superfícies inferiores das porções embutidas 1604 são impregnadas com o retardador de chama 18, o que reduz a inflamabilidade da madeira balsa.

299 O método de impregnar o elemento de chapa 12A com o retardador de chama 18 e a fixação dos elementos de superfície 14 ao elemento de chapa 12A são semelhantes aos da primeira modalidade. De acordo com o material do painel interior da aeronave 10C da terceira modalidade, é obtido um efeito semelhante ao da segunda modalidade. Além disso, como os componentes crescentes da área da superfície 16 (porções embutidas 1604) são recuados das superfícies do elemento de placa 12A, a área de adesão entre os mesmos aumenta. Isso ocorre porque no caso dos elementos de superfície 14, cada um constituído por um préimpregnado em forma de folha, sendo mergulhado em ambas as superfícies do elemento de chapa 12A na direção da espessura, em seguida, os elementos de superfície 14 sendoaderidos às duas superfícies do elemento de chapa 12A na direção da espessura, aplicando pressão e calor, a resina com a qual os membros da superfície 14 foram impregnados derrete e se liga à superfície do membro da placa 12A e aos componentes crescentes da área da superfície 16 (porções rebaixadas 1604). 312 Como resultado desta configuração, a resistência adesiva entre os membros da superfície 14 e o membro da placa 12A é aprimorada e são obtidas vantagens em termos de garantir a resistência do material do painel interno da aeronave 10C. 315 Quarta Modalidade

[0016] 319 Em seguida, um material do painel interior da aeronave 10D da quarta modalidade é descrito com referência às FIGS. 10 e 11. Na quarta modalidade, a configuração do componente crescente da área de superfície 16 é diferente das da segunda e terceira modalidades, e as configurações dos componentes que não sejam o componente crescente da área de superfície 16 são semelhantes às do segundo e terceiro modalidades. Especificamente, o componente de aumento da área de superfície 16 é constituído por ranhuras 1610 formadas que se estendem em ambas as superfícies do elemento de placa 12A na direção da espessura. A forma das ranhuras 1610 no elemento de chapa 12A é feita usando uma ferramenta de usinagem, como uma fresadora, por exemplo. Ambas as superfícies (superfícies externas) do elemento de placa 12A na direção da espessura e a superfície da pluralidade de ranhuras 1610 são impregnadas com o retardador de chama 18, o que reduz a inflamabilidade da madeira de

balsa. Ambas as superfícies do membro de placa 12A na direção da espessura e a superfície das ranhuras 1610 são impregnadas com o retardador de

04-08-2020 8

chama 18, o que reduz a inflamabilidade da madeira de balsa.

333 O método de impregnar o elemento de chapa 12A com o retardador de chama 18 e a fixação dos elementos de superfície 14 ao elemento de chapa 12A são semelhantes aos da primeira modalidade.

[0017] 339 Observe que na quarta modalidade, como ilustrado na FIG. 11, as ranhuras 1610 formadas que se estendem em uma superfície do elemento de placa 12A na direção da espessura que enfrenta um membro de superfície 14 são deslocadas das ranhuras 1610 formadas que se estendem na outra superfície de uma maneira tal que as ranhuras 1610 estão localizadas alternando na posição na direção perpendicular à direção de extensão das ranhuras 1610. Consequentemente, são obtidas vantagens em termos de manutenção de espessura e resistência uniformes do membro central 12.

[0018] 349 De acordo com o material do painel interior da aeronave 10D da quarta modalidade, é obviamente obtido um efeito semelhante ao da segunda e terceira modalidades. Além disso, são obtidas vantagens em termos de custo e redução do tempo de usinagem em comparação com o caso, como nas segunda e terceira modalidades, nas quais uma máquina de perfuração é usada para formar os furos 1602 ou partes embutidas 1604 no elemento de placa 12A porque uma fresadora pode ser usada para formar as ranhuras 1610 no elemento de placa 12A em um curto período de tempo. Além disso, como os componentes crescentes da área da superfície 16 (ranhuras 1610) são recuados das superfícies do elemento de placa 12A, a área de adesão entre os mesmos aumenta. Isso ocorre porque no caso dos elementos de superfície 14, cada um constituído por um pré-impregnado em forma de folha, sendo mergulhado em ambas as superfícies do elemento de chapa 12A na direção da espessura, em seguida, os elementos de superfície 14 sendoaderidos às duas superfícies do elemento de chapa 12A na direção da espessura, aplicando pressão e calor, a resina dos membros da superfície 14 foi impregnada derrete e se liga à superfície do membro da placa 12A e aos componentes crescentes da área da superfície 16 (ranhuras 1610). 364 Como resultado desta configuração, a resistência do adesivo entre os membros da superfície 14 e o membro da placa 12A é aprimorada e são obtidas vantagens em termos de garantir a resistência do material do painel interno da aeronave 10D.

[0019] 370 Note-se que na descrição da segunda à quarta modalidades, o componente 16 de aumento da área de superfície constituído por qualquer um dos seguintes: o furo 1602, a parte rebaixada 1604 e a ranhura 1610 são descritos. No entanto, os componentes crescentes da área de superfície 16 podem ser constituídos por qualquer um dos orifícios 1602, a parte rebaixada

04-08-2020 9

1604 e a ranhura 1610 ou por uma combinação dos mesmos.

[0020] 378 Em seguida, são explicados os resultados da experiência relacionados ao material do painel interior da aeronave da presente modalidade. Uma primeira experiência e uma segunda experiência foram realizadas como descrito abaixo. A primeira experiência foi um teste de inflamabilidade para o caso em que as superfícies do membro da placa 12A foram impregnadas com o retardador de chama, imergindo o membro da placa 12A em uma solução do retardador de chama e não aplicando carga de pressão ao membro da placa 12A. A segunda experiência foi um teste de inflamabilidade para o caso em que as superfícies do membro da placa 12A foram impregnadas com o retardador de chama, imergindo o membro da placa 12A em uma solução do retardante de chama e aplicando uma grande pressão de água à solução.

388 Primeira experiência

[0021] 392 Na primeira experiência, amostras de materiais do painel interior da aeronave 10A de acordo com a primeira modalidade foram fabricadas como descrito abaixo. As amostras foram testadas por meio do teste de inflamabilidade vertical (doravante referido como "teste F1") por 60 segundos, conforme especificado no Regulamento Federal de Aviação (FAR) 25.853 Apêndice F, Parte I (a) (i). Os resultados dos materiais do painel interior da aeronave 10A atendiam aos requisitos de retardamento de chama. Os requisitos de aprovação para o teste F1 foram um tempo de auto-extinção de 15 segundos ou menos, um comprimento de queima de 15 cm ou menos e tempo flamejante de gotejamentos de 3 segundos ou menos. Os materiais do painel interior da aeronave fabricados 10A foram configurados da seguinte forma. Membros de placa retangulares em forma de placa de 12A, 31 x 8 cm de tamanho, 1 cm de espessura e com uma gravidade específica de aproximadamente 0,1 foram imersos em soluções de retardante de chama à base de ácido bórico de diferentes concentrações por 24 horas, impregnando assim as superfícies da placa membros 12A com o retardador de chama. 405 A gravidade específica resultante dos membros do núcleo 12 foi de 0,11 a 0,16, ambos inclusive.

[0022] 410 Em seguida, o teste de inflamabilidade descrito acima é descrito em detalhes. Gravidade específica do membro da placa 12A antes do tratamento: 0,098 Nome do membro da placa 12A: BALTEK® SB (SB.50) Fabricante do membro da chapa 12A: 3A Composites Retardador de chama 18 nome comercial: Fireless B® retardador de chama 18 fabricante: TRUST LIFE CORPORATION Core membro 12 método de tratamento após imersão em solução de retardante de chama 18 de cada concentração: Secado à temperatura ambiente

04-08-2020 10

[0023] 419 No teste de inflamabilidade descrito acima, como ilustrado na FIG. 12, a concentração do retardador de chama 18 foi variada para fabricar as amostras de teste de inflamabilidade do Exemplo de Teste 1 a 3. Observe que as amostras de teste de inflamabilidade são cada uma delas constituídas pelo elemento central 12 impregnado com o retardador de chama 18 descrito acima, e os elementos superficiais 14 descritos abaixo aderiram a ambas as superfícies do elemento central 12. Membros de superfície 14: pré-impregnado de vidro / fenólico Como indicado na FIG. 12, os exemplos de teste 1, 2 e 3 passaram no teste F1. 426 Segunda experiência

[0024] 430 Na segunda experiência, amostras de materiais do painel interior da aeronave 10A de acordo com a primeira modalidade foram fabricadas sob as condições de imersão descritas

abaixo. As amostras foram testadas pelo teste F1 de maneira semelhante à do primeiro experimento. Os resultados dos materiais do painel interior da aeronave 10A atendiam aos requisitos de retardamento de chama. Os materiais do painel interior da aeronave fabricados 10A foram configurados da seguinte forma.

[0025] 439 Membros de placa retangulares em forma de placa de 12A, 31 x 8 cm de tamanho, 1 cm de espessura e com uma gravidade específica de aproximadamente 0,1 foram imersos em uma solução de retardador de chama à base de ácido bórico com 10% em peso de concentração nas condições de imersão descritas abaixo, desse modo impregnar as superfícies dos membros da placa 12A com o retardador de chama. A gravidade específica resultante dos membros do núcleo 12 foi de aproximadamente 0,11. Os detalhes do teste de inflamabilidade descrito acima são semelhantes aos do primeiro experimento. No teste de inflamabilidade descrito acima, como ilustrado na FIG. 13, as condições de imersão foram variadas para fabricar as amostras de teste de inflamabilidade do Exemplo de Teste 4 a 6. Observe que as amostras de teste de inflamabilidade, de maneira semelhante à da primeira experiência, são cada uma constituída pelo membro central 12 impregnado com o retardador de chama 18 descrito acima, e os membros de superfície de vidro pré-impregnado / fenólico 14 aderidos a ambas as superfícies do núcleo membro 12.

[0026] 455 As condições de imersão foram as seguintes. Exemplo de Teste 4: Como ilustrado na FIG. 5, o membro da placa 12A foi imerso no retardador de chama 18 dentro do recipiente 6 e a pressão da água de 50 kPa foi aplicada por 5 minutos. Em seguida, a pressão da água

04-08-2020 11

carregada foi removida por 1 minuto. Este ciclo foi repetido por 4 horas. Exemplo de Teste 5: O membro da placa 12A foi imerso no retardador de chama 18 dentro do recipiente 6, e a pressão da água (pressão estática) de 50 kPa foi aplicada por 4 horas. Exemplo de Teste 6: O membro da placa 12A foi imerso no retardador de chama 18 dentro do recipiente 6, e a pressão da água (pressão estática) de 100 kPa foi aplicada por 2 horas. Como indicado na FIG. 13, os exemplos de teste 4, 5 e 6 passaram no teste F1. É claro a partir dos resultados que, imergindo o membro da placa 12A em uma solução do retardador de chama 18 e, em seguida, aplicando uma grande pressão de água à solução, as superfícies do membro da placa 12A podem ser impregnadas com o retardador de chama 18 em um curto período de tempo. período de tempo (aproximadamente 2 a 4 horas), resultando em vantagens em termos de aumento da produtividade, mantendo o retardamento da chama do material do painel interior da aeronave 10A.

470 Lista de Sinais de Referência

[0027] 474 10A, 10B, 10C, 10D Material do painel interior da aeronave 12 Membro do núcleo 12A Membro da placa 14 Membro da superfície 16 Componente de aumento de área de superfície 1602 Euro 1604 Parte embutida 1610 Sulco 18 Retardador de chama

04-08-2020 12

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2012-126387

(P2012-126387A)

(43) 公開日 平成24年7月5日(2012.7.5)

(51) Int.Cl.

B64C 1/00

(2006.01)

F 1

B 64 C 1/00

テーマコード (参考)

B

審査請求 未請求 請求項の数 19 O L 外国語出願 (全 21 頁)

(21) 出願番号 特願2011-265430 (P2011-265430)
 (22) 出願日 平成23年12月5日 (2011.12.5)
 (31) 優先権主張番号 10382334.0
 (32) 優先日 平成22年12月13日 (2010.12.13)
 (33) 優先権主張国 欧州特許庁 (EP)
 (31) 優先権主張番号 11382345.4
 (32) 優先日 平成23年11月11日 (2011.11.11)
 (33) 優先権主張国 欧州特許庁 (EP)

(71) 出願人 500520743
 ザ・ボーイング・カンパニー
 The Boeing Company
 アメリカ合衆国、60606-1596
 イリノイ州、シカゴ、ノース・リバーサイド・プラザ、100
 (74) 代理人 100109726
 弁理士 園田 吉隆
 (74) 代理人 100101199
 弁理士 小林 義教

最終頁に続く

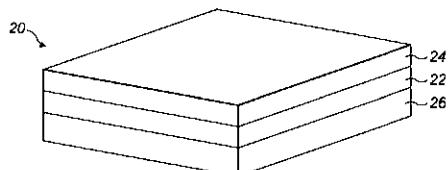
(54) 【発明の名称】 改善されたグリーンな航空機内部パネル

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】航空機内部部分として使用されるサンドイッチパネルを提供する。

【解決手段】仕上げ機能を提供することに加えて、サンドイッチパネルは、特定の機械的特性を有する必要があり、かつ車両内部で火が広がるのを抑制するのに十分な耐火性を有する必要がある。本開示は、無機質系の熱硬化性樹脂または熱可塑性樹脂ベースの天然繊維で補強された複合材を含む外板24, 26を有する航空機内部パネル20を提供する。そのようなパネルは、必要な難燃性および耐熱性を提供し、簡単なりサイクルおよび処分を可能にし、より安価であり、従来のサンドイッチパネルに比べて大きな軽量化を図ることができる。

【選択図】図2



【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

第1の外板と第2の外板の間に挟まれたコアを備える航空機内部パネルであって、前記第1の外板と前記第2の外板がどちらも、天然纖維が樹脂内に固定された複合マトリックスを含む複合材を含む、航空機内部パネル。

【請求項 2】

前記天然纖維が、難燃剤、任意選択でハロゲン化されていない難燃剤で処理されている、請求項1に記載の航空機内部パネル。

【請求項 3】

前記難燃剤が、ホウ素誘導体、八ホウ酸二ナトリウム四水和物、およびリン酸塩ナノ粒子の1つである、請求項2に記載の航空機内部パネル。 10

【請求項 4】

前記天然纖維が亜麻である、請求項1ないし3のいずれか一項に記載の航空機内部パネル。 11

【請求項 5】

前記樹脂が無機質系の熱硬化性樹脂であり、任意選択でケイ酸アルミニウム誘導体を含む、請求項1ないし4のいずれか一項に記載の航空機内部パネル。 12

【請求項 6】

前記樹脂が熱可塑性樹脂であり、任意選択でポリプロピレンまたはポリ乳酸を含む、請求項1ないし4のいずれか一項に記載の航空機内部パネル。 20

【請求項 7】

前記第1および第2の外板の少なくとも1つの外側表面上に難燃性の保護被覆を含む、請求項6に記載の航空機内部パネル。 21

【請求項 8】

前記樹脂がポリプロピレンを含み、前記保護被覆が、アルミニウムナノ粒子内にカプセル化されたケイ酸ナトリウムナノ粒子を含む、請求項7に記載の航空機内部パネル。 22

【請求項 9】

前記樹脂がポリ乳酸を含み、前記保護被覆が、リン酸塩、アンモニウム塩、ナノグラフエン、炭酸塩、およびケイ酸ナトリウムの少なくとも1つのナノ粒子を含む、請求項7に記載の航空機内部パネル。 30

【請求項 10】

前記コアが、ペーパーハニカムを含むか、またはポリフッ化ビニリデン発泡剤のような耐火性で熱可塑性の発泡剤などの熱可塑性の発泡剤を含む、請求項1ないし9のいずれか一項に記載の航空機内部パネル。 31

【請求項 11】

前記コアが、たとえば誘電体障壁放電プロセスもしくは化学エッティングによって、または接着剤を使用することによって、前記第1および第2の外板への粘着力を高めるために活性化されている、請求項1ないし10のいずれか一項に記載の航空機内部パネル。 32

【請求項 12】

請求項1ないし11のいずれか一項に記載の1つまたは複数の航空機内部パネルを備える航空機。 40

【請求項 13】

請求項1ないし11のいずれか一項に記載の航空機内部パネルを製造する方法であって、前記天然纖維の布、前記樹脂、および前記コアからなる積層体を硬化させて前記航空機内部パネルを形成することを含む方法。 41

【請求項 14】

前記天然纖維を重ね合わせることと、前記天然纖維を前記樹脂に含浸させることと、前記天然纖維および樹脂を硬化させて前記第1および第2の外板を形成することと、前記コアの各側に前記第1および第2の外板を重ね合わせて積層体を形成することと、前記積層体を硬化させて前記航空機内部パネルを形成することとを含む、請求項13に記載の方法 50

。

【請求項 1 5】

前記樹脂に含浸された前記天然纖維布を前記コアの両側に重ね合わせて前記積層体を形成することと、単一の工程で前記積層体を硬化させて前記航空機内部パネルを形成することを含む、請求項 1 3 に記載の方法。

【請求項 1 6】

真空バッグプロセス、機械プレス、またはオートクレーブを使用することによって硬化を行うことを含む、請求項 1 3 ないし 1 5 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 1 7】

難燃剤内に前記天然纖維を浸漬させることをさらに含む、請求項 1 3 ないし 1 6 のいずれか一項に記載の方法。 10

【請求項 1 8】

前記第 1 および第 2 の外板の少なくとも 1 つの外側表面上に難燃性の保護被覆を提供することをさらに含む、請求項 1 3 ないし 1 7 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 1 9】

前記コアの前記表面を活性化させて前記第 1 および第 2 の外板に対する前記コアの粘着力を改善すること、または同じ目的で接着剤を使用することをさらに含む、請求項 1 3 ないし 1 8 のいずれか一項に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0 0 0 1】

本開示は、サンドイッチパネル構造を構成する航空機内部パネルに関する。航空機内部パネルは、床、天井、側壁、および収納容器のような用途で使用することができる。

【背景技術】

【0 0 0 2】

サンドイッチパネルは、床、側壁、天井、および収納庫などの多くの航空機内部の用途で使用される。これらのタイプのサンドイッチパネルは、他のタイプの輸送車両内の類似の用途でも使用することができる。仕上げ機能を提供することに加えて、サンドイッチパネルは、特定の機械的特性を有する必要があり、また車両内部で火が広がるのを抑制するのに十分な耐火性を有する必要がある。 30

【0 0 0 3】

出願人が特に关心を有しているのは、航空機内部でサンドイッチパネルを使用することである。したがって、以下の説明では、航空機内部における新規で「グリーンな」、すなわち環境に優しいサンドイッチパネルの用途に焦点を当てる。本開示が、特許請求の範囲による航空機内部パネルの組成を有する一般的なサンドイッチパネルにも及びうることは自明である。そのような一般的なサンドイッチパネルは、空機内部だけでなくはるかに大きい応用性を享受しており、いかなる修正も必要としないはずである。

【0 0 0 4】

現在の航空機内部パネルは、外皮間に挟まれたコアを備えるサンドイッチ構造である。これらのパネルで使用される材料は、主に耐火特性のために選択される。民間の航空会社の場合、客室内で使用される材料の耐火特性を管理する厳密な規制とともに、そのような材料の燃焼中に放出される熱および煙に関する制限がある。これにより、従来の航空機内部部品では、フェノール樹脂ベースのガラス纖維で補強された複合材が広く使用されてきた。適当な耐火性に加えて、これらの複合材料ベースのパネルは、複雑な形状に成型することができ、高い強度対重量比を有し、低い保守コストを有し、通常容易に設置される。 40

【0 0 0 5】

一般に、フェノール樹脂とガラス纖維のプレプレッジは、そのようなパネルの外皮を構成する。別法として、外板は、ガラス纖維とエポキシまたは炭素纖維とエポキシの複合材から作製することができる。これらの外板材料はすべて、周知の制限を有する。フェノール樹脂は、高い毒性を有すると見なされており、皮膚炎などの皮膚の問題を引き起こす可 50

能性がある。ガラス繊維は、皮膚、目、および上気道系の炎症を引き起こし、ツタウルシに外観が類似している皮膚の発疹、塵肺症、および珪肺症を生じさせる。摂取された場合、ガラス繊維はまた、胃腸の疾患を引き起こす可能性もある。

【0006】

従来のパネルのコアは通常、アラミド繊維を含有するNomex (RTM) のハニカムから形成される。これらの繊維は、耐熱性の合成繊維であるが、破損時に肺に有害な小さい小繊維を生じさせ、皮膚の炎症を引き起こすという点で、周知の欠点を有する。

【0007】

そのような有毒な外板およびコア材料を使用することは、製造中、樹脂の加熱中、および硬化後に繊維が露出される可能性がある場合に難点となり、したがって注意深い取扱いが必要とされる。したがって、そのようなパネルの製造中には、個人保護機器が必要とされる。これは、その部品が作製され、航空機上に設置された後には該当しない。しかし、航空機の寿命が終わり、航空機が廃棄され、部品が処分される場合は、より重大な問題が生じる。これはもちろん、航空機の寿命のいかなる段階でも、たとえば改修または変換プロセス中でも、内部パネルを取り外して処分する際に当てはまる。さらに、材料の有毒性により、これらのパネルはリサイクルには向いておらず、したがって、結局ごみ埋立て地へ送られて埋設されることが多い。パネルは浸出することはないが、やはり有害な残留物を構成する。これは、より良好な環境性能を実現する製品を求める航空宇宙業界の現在の努力に反する。

10

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

20

【0008】

したがって、理想的な状況とは、サンドイッチパネルが優れた技術性能を維持しながら、より環境に優しい状況であろう。たとえば、リサイクルするのがより容易なサンドイッチパネルは、極めて有利であろう。

【課題を解決するための手段】

【0009】

この背景を受けて、第1の態様から、本開示は、第1の外板と第2の外板の間に挟まれたコアを備える航空機内部パネルにあり、第1の外板と第2の外板はどちらも、天然繊維および樹脂を含む。天然繊維は、天然繊維布とすることができます。第1および第2の外板は、外皮を構成することができる。

30

【0010】

天然繊維の使用は、リサイクルおよび処分の容易さの点で著しく「グリーンな」利益を提供し、また以下により詳細に説明するように、低減された重量およびより低いコストなどの他の利点も与える。

【0011】

火災の場合のサンドイッチパネルの性能を改善するために、天然繊維を難燃剤で処理してから、外板に形成することができる。ホウ素誘導体、たとえば八ホウ酸二ナトリウム四水和物 ($\text{Na}_2\text{B}_8\text{O}_1_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) など、ハロゲン化されていない防炎剤を使用することができる。リン酸塩ナノ粒子および/またはナノグラフェンを防炎剤として使用して、繊維を被覆することもできる。

40

【0012】

多くのタイプの天然繊維を使用できるが、亜麻は、現在好ましい選択肢の1つである。

【0013】

任意選択で、樹脂は、無機質系の熱硬化性樹脂、たとえば、ポリ(シアレート)構造内で異なるSi:A1原子比を有する-Si-O-A1-O-Si-O-型の(カリウム、カルシウム)-ポリ(シアレート-シロキソ)など、ケイ酸アルミニウム誘導体である。樹脂は、硬化剤および抗収縮性の添加剤のいずれかおよび任意の組合せなどの成分を含むことができる。硬化剤に適した選択肢には、アルミニウムとリン酸銅の混合物が含まれ、抗収縮性の添加剤に適した選択肢には、ケイ酸アルミニウムから導出された複合材および

50

中空ガラス微小球が含まれる。

【0014】

樹脂はまた、ポリプロピレン樹脂またはポリ乳酸樹脂などの熱可塑性樹脂とすることができる。樹脂は、防炎剤をさらに含むマトリックス内で使用することができる。ポリプロピレン樹脂マトリックス内の防炎剤に適した選択肢には、任意選択でナノ粒子としてポリリン酸アンモニウム、およびナノグラフェンが含まれる。ポリ乳酸樹脂マトリックス内の防炎剤に適した選択肢には、任意選択でナノ粒子としてポリリン酸アンモニウム、ホウ酸亜鉛、およびナノグラフェンが含まれる。

【0015】

航空機内部パネルは、第1および第2の外板の少なくとも1つの外側表面上に難燃性の保護被覆を含むことができる。任意選択で、ポリプロピレン樹脂から形成されたとき、第1の外板および／または第2の外板上に、アルミニウムナノ粒子内にカプセル化されたケイ酸ナトリウムナノ粒子を含む保護被覆が提供される。任意選択で、ポリ乳酸樹脂から形成されたとき、第1の外板および／または第2の外板上に、リン酸塩、アンモニウム塩、ナノグラフェン、炭酸塩、ケイ酸ナトリウム、およびアクリル樹脂のナノ粒子を含む保護被覆が提供される。

10

【0016】

任意選択で、コアは、耐火性の有無にかかわらず、バルサ材を含むことができる。バルサ材とは、処分およびリサイクルの点で取扱いが極めて容易な天然物である。コアは、ペーパーハニカムを含有することができる。コアは、熱可塑性の発泡剤を含むことができる。いくつかの実施形態では、コアは、バルサ材、ペーパーハニカム、および熱可塑性の発泡剤の組合せを含む。熱可塑性の発泡剤が存在する場合、ポリフッ化ビニリデン（P V D F）発泡剤、ポリエーテルイミドベースの（P E I）発泡剤などのように耐火性であることが好ましい。従来のハニカム構造に対して発泡剤を使用する利点は、防音性が高められることであろう。これは、航空機内部で使用されたとき、より静かで、より快適な環境を乗客に提供することができる。

20

【0017】

コアおよび／または外板は、粘着力、たとえばコアと外板の間または外板と保護被覆の間の粘着力を改善するために処理しておくことができる。たとえば、コアおよび／または外板を誘電体障壁放電処理にかけて、粘着力を改善するために1つまたは複数の表面を活性化しておくことができる。たとえば、この目的で、大気圧の空気誘電体障壁放電、または他の表面活性化機構を使用することができる。任意選択で、粘着力を高めるために、化学エッチングを使用してコアおよび／または外板を処理することができる。

30

【0018】

特定の用途では、航空機内部パネルは、4つ以上の層を備えることができる。たとえば、コア、第1の外板、および第2の外板に加えて、航空機内部パネルは、さらなる外板もしくはさらなるコア、またはさらなる外板とコアの両方、あるいは他の層を備えることができる。他の層は、装飾目的の従来の仕上げ材、または防炎性の被覆を含むことができる。コアは、すべての構成において、第1の外板と第2の外板の間に挟むことができ、第1および第2の外板は、航空機内部パネル内で最も外側に構成され、すなわち第1および第2の外板は、航空機内部パネルの外側表面を提供する。

40

【0019】

上述の航空機内部パネルでは、有毒な材料の使用を回避する。言い換えれば、航空機内部パネルは天然材料だけを含むことができ、または航空機内部パネルは有毒な材料を含まない。その結果、航空機内部パネルの製造、リサイクル、または処分中の取扱いがはるかに容易かつ安価になる。たとえば、寿命の終わりに到達した航空機内に存在するとき、グリーンな航空機内部パネルは、特別な取扱いを必要とするはずの有毒な材料がないため、航空機上で働く人を保護するための厳しい要件なしに、取り外してリサイクルまたは処分することができる。

50

【0020】

上記で構築した航空機内部パネルは、いかなる重量上の不利益も招くことなく、従来の航空機内部パネルの機械および耐火特性を実現でき、またはさらに超過できることが重要である。たとえば、上述のように構築された航空機内部パネルは、F A A およびE A S A 要件によるO h i o S t a t e U n i v e r s i t y (O S U) の試験に通り、発熱率値は、従来のサンドイッチパネルより低く、またはそれに類似している。さらに、これらの航空機内部パネルは、燃焼時、必要な熱および煙の產生レベルを低くする。航空機内部パネルの性能は、民間の航空機に課される認証要件に準拠しており、さらに超過することもある。

【0021】

本開示による航空機内部パネルのさらなる利点は、構築の際に従来の製造プロセスを使用でき、したがって変換コストを回避できることである。 10

【0022】

また、天然纖維は通常、ガラス纖維より45%～80%安価である。

【0023】

上記に加えて、本開示による航空機内部パネルからは、さらなる著しい利益が得られる。これは、グリーンな航空機内部パネルが通常、従来のパネルよりはるかに軽いためである。たとえば、従来のパネルと同じ寸法および構成の本開示による航空機内部パネルは、はるかに軽い。この軽量化の大部分は、ガラス纖維の代わりに天然纖維を使用することから得られる。ガラス纖維の典型的な密度は約 2.6 g/cm^3 であり、亜麻纖維の典型的な密度は約 1.5 g/cm^3 である。この利点は、熱可塑性物質および無機質系樹脂ベースのパネルを使用したとき、それぞれ全体的な内部の重量を15%～30%低減できる民間の航空機では特に重要である。特に航空会社にとって、航空機における重量の低減は、常に高い優先事項である。これは、重量の低減が燃料消費の低減につながるためである。これにより、燃料コストが低減された際、航空会社に重要なコストの節約を提供し、また CO_2 排出量の低減によって著しい環境上の利点をもたらす。 20

【0024】

典型的な民間の航空機で重量を1kg低減せざるごとに、燃料の燃焼を1時間当たり0.02kg～0.04kg低減せざることが推定されてきた。航空機の典型的な寿命を100,000時間とすると、1キログラム軽量化せざるごとに、航空機の動作寿命全体にわたって4トンの燃料燃焼の低減および12.5トンの CO_2 排出量の低減が実現される。客室内の天井、床、側壁、隔壁、収納庫、および他の部品からなる典型的な構成に対して本開示による航空機内部パネルを使用する典型的な航空機では、無機質系樹脂から作製されたパネルの場合、200～500kgの重量が低減され、熱可塑性樹脂から作製されたパネルの場合、100kg～250kgの重量が低減せざることがわかる。重量の低減はまた、無機質系樹脂から作製されたパネルの場合、航空機の寿命中に CO_2 排出量が2,500～6,500トン低減されることに等しく、熱可塑性樹脂から作製されたパネルの場合、航空機の寿命中に CO_2 排出量が1,300～3,250トン低減されることに等しい。さらに、サンドイッチパネルのリサイクルおよび処分はより容易であるため、寿命の終わりにはさらなる CO_2 の節減を実現することができる。 30

【0025】

さらに、熱可塑性樹脂の特定の場合、1kgのポリ乳酸を生じさせるためのエネルギーは40MJであり、ポリプロピレンの場合77MJである。これを、フェノール樹脂の139MJ/kgまたはエポキシ樹脂の140MJ/kgと比較されたい。これは、すべてのエポキシベースのパネルを熱可塑性物質ベースのパネルに交換した場合、毎年5,000～20,000GJのエネルギーが節約されることを意味する。一方、寿命期間の影響の研究によれば、複合材パネル内の天然纖維は、ガラス纖維と比較すると環境的な影響を66%低減せざる（天然纖維を製造するためのエネルギーは、ガラス纖維の場合の3分の1以下にすぎない）。パネルがガラス纖維の代わりに40%の天然纖維を含有する場合、毎年900～2,000GJのエネルギーの節約を実現することができる。ガラス纖維で補強された熱硬化性の複合材と比較すると、天然纖維と熱可塑性物質のマトリックスの製 40

作中は環境上の影響がより小さくなるため、粒子およびガス排出量の低減などの追加の環境上の利益を実現することもできる。したがって、エポキシベースの複合材を熱可塑性の複合材で交換することで、現在は焼却によって処分してCO₂を排出するか、埋立てによって処分するしかできない航空機内部から大量の危険な廃棄物が生成されるのを回避する。最新のパネルは、これらの材料の分解性のレーキのため、廃棄物をあまり解消しないが、環境に放出される有毒な物質の量を増大させる。しかし、熱可塑性物質のパネルは、パレット、木材プラスチック用途、絶縁要素などのいくつかのさらなる用途のためにリサイクルおよび使用することができる。

【0026】

本開示はまた、上述の航空機内部パネルのいずれかを含む航空機にも及ぶ。

10

【0027】

本開示はまた、上述の航空機内部パネルのいずれかを製造する方法にも及び、この方法は、天然繊維布、樹脂、およびコアの積層体を硬化させて航空機内部パネルを形成することを含む。

【0028】

航空機内部パネルは、単一の工程、2つの工程、または3つ以上の工程で形成することができる。たとえば、第1および第2の外板を第1に形成し、次いで第2の工程でコアにつなぎ合わせることができる。したがって、この方法は、天然繊維布を重ね合わせることと、布を樹脂に含浸させることと、外板の硬化を行うことと、外板間にコアを重ね合わせて積層体を形成することと、積層体を硬化させて航空機内部パネルを形成することとを含むことができる。別法として、単一工程のプロセスでは、方法は、1つの工程でコア上に天然繊維布を重ね合わせ、樹脂を添加して積層体を形成し、積層体を硬化させて航空機内部パネルを形成することを含むことができる。上記の硬化工程はいずれも、真空バッグプロセスを使用して実行することができる。たとえば、真空バッグプロセスは、無機質系の熱硬化性樹脂の重合中に水がなくなるのを防止するために、真空ポンプで汲み上げることなく30分～24時間にわたって硬化を行うことを含むことができる。これは、摂氏25～80度の温度範囲で実行することができる。アセンブリを小型化するために、圧力を印加することができる（大気圧の使用、機械プレス、またはオートクレーブによる）。これらの工程に続いて、一定の重量が実現されるまで、真空ポンプで汲み上げながら、無機質系の熱硬化性物質を室温で硬化させることができる。この最終の工程は、無機質系の熱硬化性樹脂が重合した後、水を取り除くことが分かった。これらの工程は、無機質系の熱硬化性樹脂を使用して製造するのに好ましいが、熱可塑性樹脂を用いるときに使用することもできる。保護被覆を添加する追加の工程を含むことができる。

20

30

40

【0029】

樹脂の前駆体は、硬化剤および抗収縮性の添加剤のいずれかおよび任意の組合せを含むことができる。樹脂は、ケイ酸アルミニウム誘導体を含むことができ、任意選択で異なるA1:S1比とすることができます。抗収縮性の添加剤は、アルミノケイ酸塩から導出された複合材または中空ガラス微小球などを含むことができる。樹脂はまた、ポリプロピレン樹脂またはポリ乳酸樹脂などの熱可塑性樹脂とすることができます。熱可塑性物質ベースのパネルに対する製造プロセスについては、後に詳述する。

【0030】

この方法は、天然繊維布を難燃剤溶液に浸漬されることをさらに含むことができる。この工程は、天然繊維布で樹脂を補強する前に実行することができる。難燃剤は、ホウ素誘導体とすることができます。天然繊維は、20～80分間にわたって摂氏25～80度の難燃剤の溶液中に浸漬させ、次いで室温で乾燥させることができます。この樹脂には、防炎剤を添加することができる。

【0031】

任意選択で、この方法は、外板とコアの間に接着剤を添加すること、またはコアを処理してコアの表面を活性化させ、外板に対するコアの粘着力を改善することをさらに含むことができる。たとえば、以下の方法を使用して、または任意の他の表面活性化処理を使用

50

して、コアの1つまたは複数の表面を活性化させることができる。方法は、誘電体障壁放電を使用してコアを処理することを含むことができる。これは、電極間のプラテン上にコアを配置し、高圧の交流電流を印加することによって行うことができる。外板は、たとえば化学エッティングを使用して、防炎性の保護被覆の粘着力を改善するように処理することができる。

【0032】

熱可塑性樹脂を使用してパネルを構築するとき、機器およびプロセスはまた、従来の内部部品を製造するために使用されるものに適合している。パネルの外皮は、熱可塑性シートの製作のための標準的な複合設備を使用して、事前に製作することができる（たとえば、ポリプロピレンシートの場合は200°C／分、ポリ乳酸ベースのパネルの場合は140°C／分）。次いで、内部部品の製作に現在使用される粉碎コア製造方法に類似しているプロセスに続いて、熱板プレス（たとえば、100°C／分、どちらのタイプのパネルに対しても87KNの力を印加できる）を使用して、熱可塑性シート、天然繊維、接着剤、およびコアを挿むことができる。最も外側の外板は、従来の塗装機器を使用して塗布できる難燃性の被覆を含むことができる。従来のパネルの製作に現在用いられるのと同じプロセスに続いて、追加の仕上げ層を塗布することもできる。新規でグリーンなパネルを製作するために、従来のパネルを製造する既存の設備の代わりに追加の投資が必要とされないことが有利である。

【0033】

熱可塑性物質ベースのパネルアセンブリの場合、耐火性のポリウレタンベースの接着剤を使用して、外板をサンドイッチのコアに付着させることができる。ポリウレタンベースの接着剤は、試験される構成にとって最も好都合な解決策であることが分かったが、外板とコアを付着させるための唯一の選択肢ではない。用途に必要な最終の特性に応じて、エポキシベースの接着剤など、代替の調合物および接着剤のタイプを使用することができる。

【0034】

サンドイッチパネルのコアは、耐火ペーパーハニカム、バルサ材、または耐火性で熱可塑性の発泡剤のいずれかとすることができます。使用されるコアのタイプは、航空機内部パネルに必要な特性によって選択することができる。これらのコアとともに試験されるパネルは、耐火性の点で良好な結果を示した。

【0035】

保護被覆に関しては、パネルが組み立てられた後、外板、好ましくは最も外側の外板上に、最終の保護被覆を塗布することができる。この保護被覆は、火に対する障壁として働き、航空機内部パネルの耐火性を増大させる。この被覆の組成は、使用されている外板のタイプによって選択することができ、ポリプロピレンベースのパネルとポリ乳酸ベースのパネルの間で変動させることができる。

【0036】

保護被覆を塗布する前の第1の工程として、外板の表面を化学エッティングによって活性化させることができます。このプロセスにより、表面に対する保護被覆の粘着性を最適化することができる。

【0037】

ポリプロピレンベースのパネル向けに開発された保護被覆は、アルミナナノ粒子でカプセル化されたケイ酸ナトリウムナノ粒子を含むことができる（10%）。保護被覆は、外板の表面をナノ粒子の溶液に手動で含浸させることによって塗布することができる。表面上に第1の層を塗布し、40°Cで10分間にわたって炉内で乾燥させることができる。次いで、第2の層（同じ側など、同じ外皮）を塗布し、40°Cで30分間にわたって炉内で再び乾燥させることができる。

【0038】

ポリ乳酸ベースのパネル向けに開発された保護被覆は、リン酸塩、アンモニウム塩、ナノグラフェン、炭酸塩、およびケイ酸ナトリウムのナノ粒子から作製することができる。

10

20

30

40

50

追加として、被覆の可撓性、粘着性、および熱安定性を改善するために、ナノ粒子の混合物に少量のアクリル樹脂を添加することができる。被覆は、ポリプロピレンベースのパネルに使用される方法に類似の方法で、航空機内部パネルの外板に手動で塗布することができる。

【0039】

本開示をより容易に理解できるように、好ましい実施形態について、以下の図面を参照しながら、例示のみを目的として、次に説明することができる。

【図面の簡単な説明】

【0040】

【図1】従来技術による航空機内部パネルの斜視図である。

10

【図2】本開示の第1の実施形態によるグリーンな航空機内部パネルの斜視図である。

【図3】本開示の第2の実施形態によるグリーンな航空機内部パネルの斜視図である。

【図4】本開示の方法の第1の実施形態によるグリーンな航空機内部パネルを組み立てる方法の概略図である。

【図5】本開示の方法の第2の実施形態によるグリーンな航空機内部パネルを組み立てる方法の概略図である。

【図6】本開示の方法の第3の実施形態によるグリーンな航空機内部パネルを組み立てる方法の概略図である。

20

【図7】本開示の方法の第4の実施形態によるグリーンな航空機内部パネルを組み立てる方法の概略図である。

【図8】本開示の第3の実施形態によるグリーンな航空機内部パネルの斜視図である。

【図9】本開示の第4の実施形態によるグリーンな航空機内部パネルの斜視図である。

【図10】本開示の方法の第5の実施形態によるグリーンな航空機内部パネルを組み立てる方法の概略図である。

【図11】本開示の方法の第6の実施形態によるグリーンな航空機内部パネルを組み立てる方法の概略図である。

【図12】無機質系の熱硬化性樹脂ベースの外板上で実行した試験について示す表である。

【図13】図12の無機質系の熱硬化性樹脂ベースの外板上で実行した試験について示すグラフである。

30

【図14】無機質系の熱硬化性樹脂ベースの航空機内部パネル上で実行した試験について示す表である。

【図15】図14の無機質系の熱硬化性樹脂ベースの航空機内部パネル上で実行した試験について示すグラフである。

【発明を実施するための形態】

【0041】

従来技術によれば、航空機内部パネル10は、図1に示すように3つの層を備える。中間の層は、Nomex(RTM)のハニカム構造から作製されたコア12である。コア12は、上部外板14と下部外板16の間に挟まれる。上部外板14と下部外板16はどちらも、フェノール樹脂とガラス繊維のプレプレッジを含む。外板層14、16は、プレプレッジ内に存在する接着剤として働くフェノール樹脂を使用して、コア12に付着される。

40

【0042】

図2は、本開示の第1の実施形態によるグリーンな航空機内部パネル20を示す。グリーンな航空機内部パネル20は、上部外板24と下部外板26の間に挟まれたコア22を備える。図1の航空機内部パネル10とは対照的に、図2のパネル20内で使用される材料は環境に優しい。

【0043】

コア22は、PVD発泡剤であり、通常数mmの厚さである。代替実施形態では、コア22は、バルサ材またはペーパーハニカムを含むことができる。コア22には、対応す

50

る上部外皮 24 および下部外皮 26 がつなぎ合わされる。外板 24、26 はそれぞれ、樹脂、この実施形態では無機質系の熱硬化性樹脂内に固定された天然纖維から作製された天然の複合材料を含む。熱可塑性樹脂を使用する実施形態については、後に説明する。この実施形態では、ケイ酸アルミニウム誘導体樹脂に含浸された 1 つの亜麻纖維層しかない。無機質系の熱硬化性樹脂は、優れた耐熱特性を有し、最高摂氏 1000 度の温度に耐えることができる。天然纖維の耐熱性は、それほど良好ではない傾向があり、したがって天然纖維は、本開示による製造方法のいくつかに関連してより詳細に説明するように、難燃剤で処理することができる（たとえば、図 5 および対応する説明参照）。

【0044】

本開示は、3 つの層だけを備える航空機内部パネル構造に限定されるものではない。2 つ以上のコア層を含むことができ、またコアのいずれか片側に、2 つ以上の外板層を含むことができる。

【0045】

さらなるグリーンな航空機内部パネル 30 の一例を図 3 に示す。航空機内部パネル 30 は、上から下に、外側の上部外板 34、内側の上部外板 38、コア 32、内側の下部外板 40、および外側の下部外板 36 の順で積層された 5 つの層を備える。コア 32 は、図 2 に関連して説明したコア 22 に対応する。また、外板 34、36、38、40 は、図 2 に関連して説明した外板 24、26 に対応する。上部外板 34、38 と下部外板 36、40 の対は、強度を増大させるために提供することができる。これらの外板は、位置合わせされた形で重ね合わせることができ、または層を回転させた状態で重ね合わせができる（たとえば、外側の上部外板 34 の縦糸および横糸を、内側の上部外板 38 の縦糸および横糸に対して 90 度回転させることができる）。

【0046】

本開示による航空機内部パネルの製造方法について、次に説明する。話を簡単にするために、3 層のグリーンな航空機内部パネルについて説明するが、この方法は 4 つ以上の層を有するパネルにも簡単に及びうることが容易に理解されよう。

【0047】

簡単な製造方法を、図 4 に示す。100 で、外板 24、26 が形成される。この工程 100 は、102 で示すように、天然纖維布を重ね合わせることを含む。たとえば、外板 24、26 それぞれに対して、1 つの亜麻布層が重ね合わされる。104 で、熱硬化性の無機質系樹脂に天然纖維を含浸させ、この混合物を硬化させることによって、外板 24、26 が形成される。たとえば、無機質系の熱硬化性樹脂としてケイ酸アルミニウム誘導体が使用され、硬化剤と混合することもできる。さらに、抗収縮性の添加剤を使用することができる。1～15 重量 % 添加される充填剤として使用されるケイ酸アルミニウムから導出された複合材は、うまく作用することが分かった。熱硬化性樹脂に含浸された天然纖維布を真空バッグ内へ導入し、真空ポンプで汲み上げて空気を抽出することができる。外板は、大気圧下で摂氏 25～80 度の範囲内の温度で、真空ポンプで汲み上げることなく 30 分～24 時間の期間にわたって硬化され、または複合材を小型化するために、機械プレスもしくはオートクレーブ内で加圧される。これに続いて、一定の重量が実現されるまで、室温で硬化させながら、真空ポンプで汲み上げることによって複合材から水を取り除くことができる。

【0048】

このようにして外板 24、26 が形成されると、外板 24、26 は、工程 106 で示すように、コア 22 の両側に重ね合わされる。コア 22 の両側に外板 24、26 を配置して、外板とコア表面の間に接着剤を塗布する。環境に優しい接着剤（揮発性の低い有機化合物）は、うまく作用することが分かった。この実施形態では、コア 22 は、PVDF 発泡剤を含む。108 で、大気圧下で低温の真空バッグプロセスで接着剤を硬化させることによって、完全なサンドイッチパネル 20 を形成することができ、またはパネル 20 を小型化するために、機械プレスもしくはオートクレーブ内で加圧することができる。

【0049】

10

20

30

40

50

図5は、本開示による製造方法のさらなる実施形態を示す。200で、外板24、26が形成される。第1の工程201は、天然纖維を防炎剤で処理することを含む。たとえば、天然纖維を布に形成し、摂氏25～80度の濃縮された防炎剤溶液に20～80分間にわたって浸漬させることができる。次いで、浸された天然纖維布は、一定の重量を実現するまで、布を垂直につるすことによって、室温で乾燥させることができる。このように作製された天然纖維は、10重量%～30重量%の難燃剤を保持することが分かった。

【0050】

次いで方法は、図4に関連して前述したのとほぼ同じ方法で継続される。202で、処理された天然纖維が重ね合わされ、204で、熱硬化性の無機質系樹脂に含浸される。こうして形成された外板24、26は、206で、コア22と付着され、208で、仕上がった航空機内部パネル20に形成される。

10

【0051】

図4および5に関連して説明した製造方法は、2段階のパネル組立てプロセスを含み、外板24、26が第1に形成され、次いで完全な航空機内部パネル20が組み立てられる。しかし、これらの方針はいずれも、単一のプロセスのみで外板24、26および完全なパネル20を硬化させる1工程の形成プロセスを使用するように修正することができる。

【0052】

たとえば、図6は、単一の硬化工程を使用するように適合された図4の方法を示す。工程305で、コア22の表面は、コア22と外板24、26の間の粘着力を改善するように活性化される。この処理は、PVDコア22を大気圧の空気誘電体障壁放電(DBD)に露出させることを含むことができる。DBD反応器は、40～80Hzで動作する正弦波波形で高圧の交流電源を装備することができる。作用している動作負荷の出力電力およびインピーダンスは、可変かつ制御可能である。放電は、固定の電極と、発泡剤コア22が取り付けられた摺動プラテンとの間で、生成することができる。これらの電極は、鋼棒から形成することができ、鋼棒の周りには、直径1.5mmの裸のステンレス鋼ワイヤーが巻き付けられる。プラテンは、厚さ10mmとることができ、シリコンゴムの被覆を有することができる。電力0.87kWおよび速度毎分40mの4つのサイクルを使用することができ、これは、4.9W/cm²の電力密度と同等である。この処理は、コア22の表面を活性化させて化学反応性をより高くすることが分かっており、したがってコア22と外板24、26の間の粘着力が著しく改善される。

20

【0053】

302で、上述のような天然纖維布が重ね合わされる。工程304に示すように、上述のような熱硬化性樹脂に、2つの天然纖維布が含浸される。306で、コア22の片側に一方の纖維布が重ね合わされ、コア22の反対側に他方の纖維布が重ね合わされる。次いで、308で、真空バッグプロセスを使用する单一の工程で、航空機内部パネル20が組み立てられる。そのようにして、单一の工程だけで、複合外板24、26が形成され、コアに付着される。パネル20を真空バッグ内へ導入し、真空ポンプで汲み上げて空気を抽出することができる。次いでパネル20は、大気圧下で摂氏25～80度で、真空ポンプで汲み上げることなく30分～24時間にわたって硬化させることができ、または複合材の圧密を改善するために、機械プレスもしくはオートクレーブ内で加圧することができる。これに続いて、一定の重量が実現されるまで、室温で硬化させながら、真空ポンプで汲み上げることによって複合材から水を取り除くことができる。

30

【0054】

図7は、单一の硬化プロセスとしての図5の適合を示す。401で、前述のように、天然纖維布は難燃剤で処理される。405で、前述のように、コアはDBDで処理される。次いで、処理された纖維布は、工程402に示すように重ね合わされ、工程404で、上述のような熱硬化性の無機質系樹脂に纖維布が含浸される。406で、コア22の片側に一方の纖維布が重ね合わされ、コア22の反対側に他方の纖維布が重ね合わされる。次いで、408に示すように、真空バッグプロセスを使用する单一の工程で、完全な航空機内部パネル20が形成される。

40

50

【0055】

図6および7に加えて、前述の図の方法は、一般的な方法の他の変形形態の場合と同様に単一の硬化工程を使用するように適合できることが、ここで容易に理解されるであろう。

【0056】

図2は、無機質系の熱硬化性樹脂から形成された上部外板24および下部外板26を有する航空機内部パネル20を示す。熱可塑性樹脂を使用する実施形態について、例示的な製造方法とともに、次に説明する。

【0057】

図8は、サンドイッチ構造を構成する航空機内部パネル80を示す。上部外板84と下部外板86の間に、コア82が挟まれる。上部外板は、保護被覆88を備える。

10

【0058】

コア82は、耐火性で熱可塑性の発泡剤を含む。コア82は、4～5mmの厚さを有することができる。代替実施形態では、コア82はペーパーハニカムを含む。ペーパーハニカムのコアは、10mm以上の厚さを有することができる。

20

【0059】

上部外板84と下部外板86は、対応する構造のものである。上部外板84と下部外板86はどちらも、熱可塑性樹脂内に固定された亜麻などの天然繊維を含む。天然繊維は、図2および3に関連して前述したものとすることができる。図8の実施形態で使用される熱可塑性樹脂は、ポリプロピレンである。

20

【0060】

複合マトリックスは、ハロゲン化されていない難燃剤で修正することができる。たとえば、ポリプロピレンのマトリックスに、ポリリン酸アンモニウム（濃度50%）およびナノグラフェン（濃度5%）を添加することができる。マトリックス内に難燃剤を組み込むのを改善するために、相溶化剤を添加することができる。さらに、天然繊維は、難燃剤、すなわちナノリン酸塩などのハロゲン化されていないナノ粒子の難燃剤で処理し、それによって天然繊維を覆って保護被覆を形成することができる。

20

【0061】

図8の実施形態では、上部外板84は保護被覆88を備える。代替実施形態では、下部外板86も保護被覆88を備える。保護被覆88は、耐火ナノ被覆とすることができる。1つの外板84または86だけに塗布される場合、航空機内部パネル80が航空機内に設置されたとき、この外板84または86は客室側の外板になる。

30

【0062】

保護被覆88は、ポリプロピレン樹脂から形成された上部外板84に塗布される。保護被覆88は2つの保護層を含むが、見やすいように、図8には単一の層だけを示す。各層は、アルミニウムナノ粒子内にカプセル化されたナノケイ酸ナトリウムのナノ粒子を含み、2つの層が順に塗布される。

30

【0063】

いくつかの実施形態では、航空機内部パネル80は、保護被覆88を備えない。

40

【0064】

図9は、熱可塑性樹脂を含む航空機内部パネル90の別の実施形態を示す。航空機内部パネル90は、上部外板94と下部外板96の間に挟まれたコア92を備える。上部外板94と下部外板96のどちらの外側表面も保護被覆98を備えるが、場合によっては、外板94または96の1つだけが、保護被覆98を備える必要があることがある。実際には、いくつかの実施形態では、上部外板94と下部外板96はどちらも、保護被覆98を備える必要がない。

40

【0065】

コア92は、耐火性で熱可塑性の発泡剤を含む。コア92は、4～5mmの厚さを有することができる。代替実施形態では、コア92はペーパーハニカムを含む。ペーパーハニカムのコアは、10mm以上の厚さを有することができる。代替実施形態では、コア92

50

はバルサ材を含む。

【0066】

上部外板94と下部外板96は、対応する構造のものである。上部外板94と下部外板96はどちらも、熱可塑性樹脂内に固定された亜麻などの天然纖維を含む。天然纖維は、図2および3に関連して前述したものとすることができる。図9の実施形態で使用される熱可塑性樹脂は、ポリ乳酸である。

【0067】

複合マトリックスは、ハロゲン化されていない難燃剤で修正することができる。たとえば、ポリ乳酸のマトリックスに、ポリリン酸アンモニウム（濃度25%）、ホウ酸亜鉛（濃度5%）、およびナノグラフェン（濃度1%）を添加することができる。任意選択で、マトリックス内に難燃剤を組み込むのを改善するために、相溶化剤を添加することができる。さらに、天然纖維は、難燃剤、すなわちナノリン酸塩などのハロゲン化されていないナノ粒子の難燃剤で処理し、それによって天然纖維を覆って保護被覆を形成することができる。

10

【0068】

図9の実施形態では、上部外板94と下部外板96はどちらも、対応する保護被覆98を備える。保護被覆98は、耐火ナノ被覆とすることができます。保護被覆98は、アルミニウムナノ粒子内にカプセル化されたナノケイ酸ナトリウム、アンモニウム塩、ナノグラフェン、炭酸ナトリウム、またはケイ酸ナトリウムのナノ粒子を含むことができる。

20

【0069】

製造方法のさらなる実施形態について、図10および11を参照して次に説明する。これらの製造方法を使用して、本開示による航空機内部パネルおよび上述の航空機内部パネル20、30、80、90の実施形態のいずれかを製造することができる。しかし、以下の方法は、図8および9の実施形態による航空機内部パネルの製造に特に好ましい。

30

【0070】

航空機内部パネルの製造方法の第5の実施形態を図10に示す。一例として、この方法について、図8の航空機内部パネル80に関連して説明するが、この方法は、本開示によって構築されたいずれの航空機内部パネルにも適用することができる。図10の製造方法は、前述した図5の方法に類似している。この方法は、2段階のパネル組立てプロセスであり、外板84、86が第1に形成され、次いで完全な航空機内部パネル80が組み立てられる。

30

【0071】

500で、外板84、86が形成される。第1の工程501は、天然纖維、この実施形態では亜麻を防炎剤で処理することを含む。たとえば、天然纖維を布に形成することができる。天然纖維は、防炎剤ナノ粒子（たとえば、ナノリン酸塩）の濃縮された溶液に浸漬させることができる。この抑制剤は、本明細書に記載するすべての実施形態を含めて、本開示による任意の航空機内部パネルとともに使用することができる。天然纖維は、30秒間にわたって浸漬させ、次いで30分間にわたって摂氏60度の炉内で乾燥させることができる。この処理は、難燃剤の濃度を増大させるために、数回繰り返すことができる。

40

【0072】

次いでこの方法は、難燃性の被覆された天然纖維布を重ね合わせることを含む工程502で継続される。たとえば、外板84、86それぞれに対して、1つの布層が重ね合わされる。504で、熱可塑性の無機質系樹脂混合物を使用して、天然纖維を含浸させる。この樹脂混合物はポリプロピレン樹脂（濃度41%）を含み、耐火性を増大させるために、ポリプロピレンのマトリックスには、ポリリン酸アンモニウム（濃度50%）およびナノグラフェン（濃度5%）が添加される。マトリックス、防炎性添加剤、および天然纖維布の間の相溶性を改善するために、低濃度のIntegrate N P 507-030という結合剤などの相溶化剤（濃度4%）を添加することができる。この樹脂混合物を押出成形して、天然纖維布と組み合せた厚さ200μm以下のポリマーシートを得ることができる。

50

【0073】

外板84、86を形成するために、1対の押出成形された樹脂混合物シート間に亜麻繊維布を挟むことができる。次いでこの積層物を、摂氏200度の温度および87kNの圧力で1分間にわたって保持することができ、次いで、その結果得られる外板84、86を、室温まで冷却することができる。

【0074】

このようにして外板84、86が形成されると、外板84、86は、工程506で示すように、コア82の両側に重ね合わされる。熱可塑性の発泡剤コア82の両側に外板84、86が配置され、外板とコア表面の間に耐火接着剤が塗布される。ポリウレタンベースの接着剤およびエポキシベースの接着剤は、この接着剤として良好な選択肢である。508で、この接着剤を硬化させることによって、完全な航空機内部パネル80が形成される。

10

【0075】

工程510で、上部外板84に保護被覆を添加することができる。第1に、上部外板84の外側表面を化学エッティングによって活性化させ、外側表面に対するナノ被覆の粘着性を改善することができる。この実施形態で使用されるナノ被覆は、アルミニウムナノ粒子内にカプセル化されたケイ酸ナトリウムナノ粒子を含む。この被覆は、本明細書に記載するすべての実施形態を含めて、本開示による任意の航空機内部パネルとともに使用することができる。この被覆は、表面をナノ粒子溶解液に手動で含浸させることによって、上部外板84の活性化させた外側表面に塗布することができる。第1の層を塗布し、次いで10分間にわたって摂氏40度の炉内で乾燥させることができる。次いで、第2の層を同じ方法で塗布し、30分間にわたって摂氏40度の炉内で乾燥させることができる。このように、航空機内部パネル80が完成する。

20

【0076】

図10の方法は、図9の航空機内部パネル90を形成するように、次のように適合することができる。

【0077】

600で、外板94、96が形成される。工程601で、天然繊維、この実施形態では亜麻を防炎剤で処理することができる。たとえば、天然繊維を布に形成することができる。天然繊維は、防炎剤ナノ粒子（たとえば、ナノリン酸塩）の濃縮された溶液に浸漬させることができます。この抑制剤は、本明細書に記載するすべての実施形態を含めて、本開示による任意の航空機内部パネルとともに使用することができる。天然繊維は、図10に関連してすでに説明したように、30秒間にわたって浸漬させ、次いで30分間にわたって摂氏60度の炉内で乾燥させることができます。この処理は、難燃剤の濃度を増大させるために、数回繰り返すことができる。

30

【0078】

次いでこの方法は、外板94、96それぞれに対して1つの布層を重ね合わせることなどによって、難燃性の被覆された天然繊維布を重ね合わせる工程602で継続される。604で、熱可塑性の無機質系樹脂混合物を使用して、天然繊維を含浸させる。この実施形態では、この樹脂混合物はポリ乳酸樹脂（濃度69%）を含み、耐火性を促進するために、このマトリックスには、ポリリン酸アルミニウム（濃度25%）、ホウ酸亜鉛（濃度5%）、およびナノグラフェン（濃度1%）が添加される。この樹脂混合物を押出成形して、天然繊維布と組み合せた厚さ200μm以下のポリマーシートを得ることができる。

40

【0079】

外板94、96を形成するために、1対の押出成形された樹脂混合物シート間に亜麻繊維布を挟むことができる。次いでこの積層物を、摂氏140度の温度および87kNの圧力で1分間にわたって保持することができ、次いで、その結果得られる外板94、96を、室温まで冷却することができる。

【0080】

このようにして外板94、96が形成されると、外板94、96は、工程606で示す

50

ように、コア 9 2 の両側に重ね合わされる。熱可塑性の発泡剤コア 9 2 の両側に外板 9 4 、 9 6 が配置され、外板とコア表面の間に、ポリウレタンベースまたはエポキシベースの接着剤などの耐火接着剤が塗布される。608 で、この接着剤を硬化させることによって、完全な航空機内部パネル 9 0 が形成される。

【0081】

工程 610 で、上部外板 9 4 および下部外板 9 6 に保護被覆を添加することができる。この方法は、図 5 の工程 510 で説明したものである。要約すると、外板 9 4 、 9 6 それぞれの外側表面は、化学エッティングによって活性化させることができ、ナノ被覆を塗布することができる。この実施形態のナノ被覆は、リン酸塩、アンモニウム塩、ナノグラフエン、炭酸塩、およびケイ酸ナトリウムのナノ粒子を含む。保護被覆の可撓性、粘着性、および熱安定性を改善するために、少量のアクリル樹脂を添加することができる。この被覆は、本明細書に記載するすべての実施形態を含めて、本開示による任意の航空機内部パネルとともに使用することができる。この被覆は、手動で含浸させることによって 2 つの層で塗布することができる。第 1 の層を塗布し、次いで 10 分間にわたって摂氏 40 度で乾燥させることができ、第 2 の層を塗布し、同じ温度で 30 分間にわたって乾燥させることができる。このように、航空機内部パネル 9 0 が完成する。

【0082】

図 10 および 11 に関連して説明した製造方法は、2 段階のパネル組立てプロセスを含み、外板 8 4 、 8 6 、 9 4 、 9 6 が第 1 に形成され、次いで完全な航空機内部パネル 8 0 、 9 0 が組み立てられる。しかし、これらの方法は、図 6 および 7 に関連してすでに説明したプロセスに類似している単一のプロセスのみで外板 8 4 、 8 6 、 9 4 、 9 6 および完全なパネル 8 0 、 9 0 を硬化させる 1 工程の形成プロセスに修正することができる。

【0083】

添付の特許請求の範囲に規定される本開示の範囲から必ずしも逸脱することなく、上記の実施形態に変更を加えることができることが、当業者には明らかであろう。

【0084】

たとえば、3 層の航空機内部パネル 20 に関連して上述した方法は、4 層以上の航空機内部パネルに容易に適合することができる。たとえば、コア上に重ね合わされる外板層の数は、どちら側でも 1 から増大させることができる。2 つ以上のコア層を含むこともできる。

【0085】

様々な航空機内部パネルおよび様々な製造方法について説明した。記載した異なるパネルを作製するために、異なる方法を適用できることが理解されよう。

【実施例 1】

【0086】

例示的な構造について次に説明し、その耐熱性の挙動を提示する。

【0087】

航空機内部に対する F A A および E A S A 要件に関して、外板の耐火性を試験した。ケイ酸アルミニウムから誘導される無機質系の熱硬化性マトリックスと、10 ~ 30 重量 % のホウ素から誘導される難燃剤を含有する天然纖維との複合材を含む外板を、放射熱に露出させた。環境チャンバ内で、3 つのサンプルを垂直につるした。チャンバ内には、一定の空気の流れを通過させた。サンプルの露出は、試験片上で 1 cm² 当たり 3.5 W の所望の総熱流束を生じさせるように調整された放射熱源によって決定した。パイロット着火を使用して、燃焼を開始させた。環境チャンバから出た燃焼生成物を監視および使用して、発熱率を計算した。

【0088】

図 12 は、無機質系の熱硬化性樹脂から作製された 3 つのサンプル外板に対する結果を提示する表である。発熱ピークおよび 2 分後の総発熱量は十分に、連邦航空局 (F A A) によって設定された限界の範囲内である。図 13 は、これらのサンプルに対する発熱量を時間とともに示すグラフである。

10

20

30

40

50

【0089】

無機質系の熱硬化性樹脂から作製された4つのサンドイッチパネルを、同じく構築して試験した。図14は、発熱試験の結果とともに、各サンドイッチパネルの組成を示す表である。これらの試験は、上述した外板サンプルの場合と同じ方法で実行した。この場合も、ピークおよび総発熱量は、十分にF A A要件の範囲内であることが分かった。図15は、時間ごとの発熱量のグラフである。

【符号の説明】

【0090】

20 グリーンな航空機内部パネル

10

22 コア

24 上部外板

26 下部外板

30 グリーンな航空機内部パネル

32 コア

34 外側の上部外板

36 外側の下部外板

38 内側の上部外板

40 内側の下部外板

80 航空機内部パネル

20

82 コア

84 上部外板

86 下部外板

88 保護被覆

90 航空機内部パネル

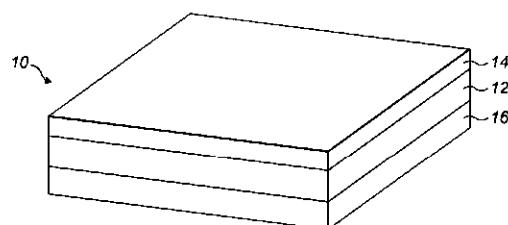
92 コア

94 上部外板

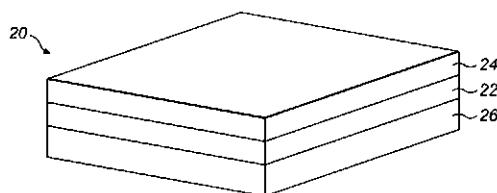
96 下部外板

98 保護被覆

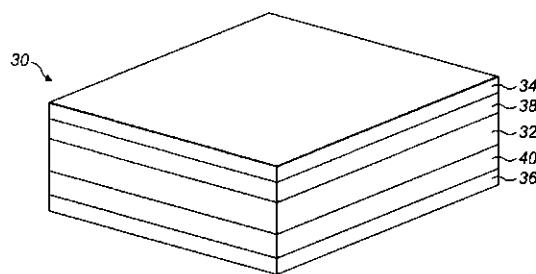
【図 1】



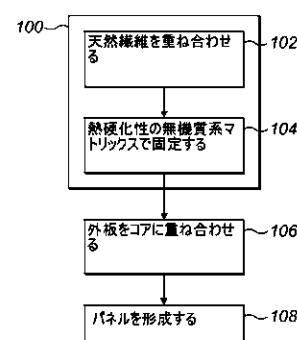
【図 2】



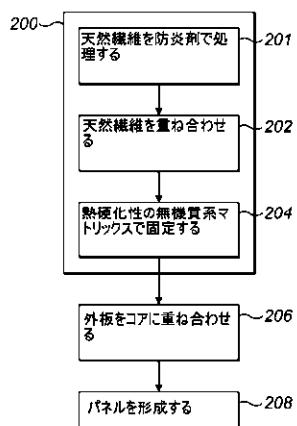
【図 3】



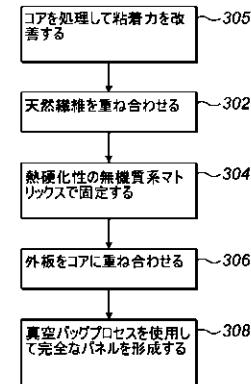
【図 4】



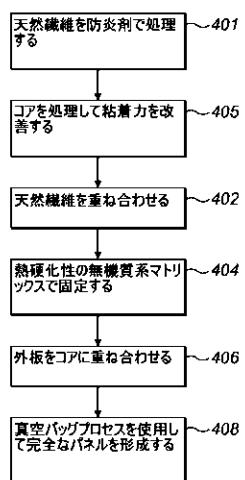
【図 5】



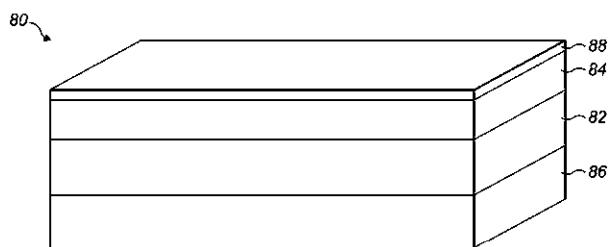
【図 6】



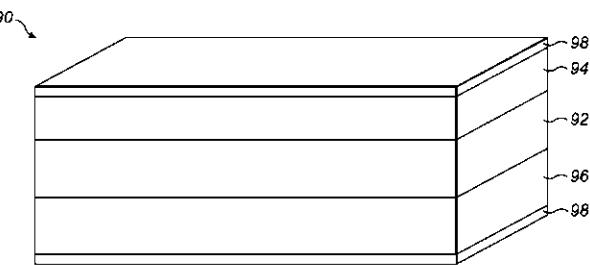
【図 7】



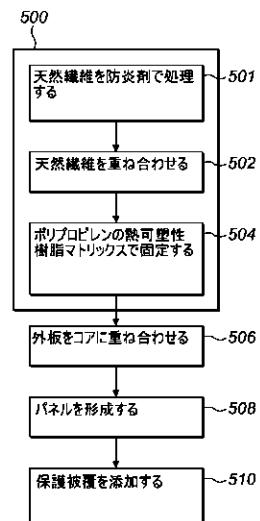
【図 8】



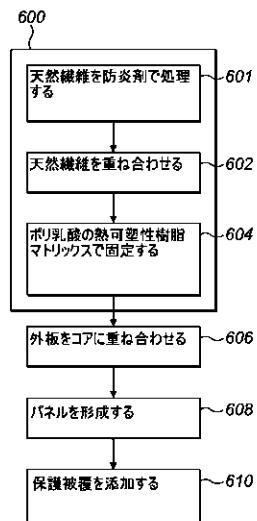
【図 9】



【図 10】



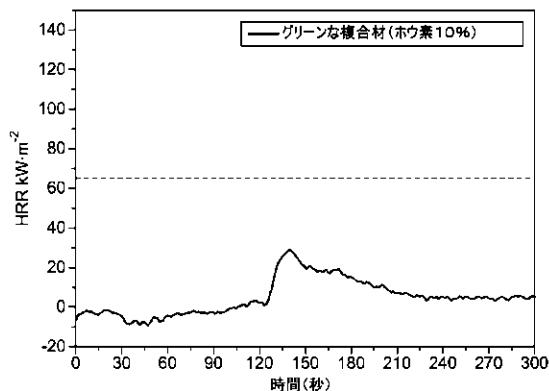
【図 11】



【図 12】

	S01	S02	S03	平均
繊維 :				
最初の繊維質量 (g)	31.2	30.2	30.5	30.6
最終質量の繊維+不燃性接着剤の繊維割合 (%)	41.7	40.1	40.8	40.9
ホウ素誘導の接着剤(重量 %)	25.2%	24.7%	25.2%	25.3%
接着材 :				
接着剤質量 (g)	73.4	73.4	73.4	73.4
硬化剤質量 (g)	11.0	11.0	11.0	11.0
硬化剤(重量 %)	13.0%	13.0%	13.0%	13.0%
接着材 :				
接着剤質量 (g)	107.5	100.1	101.2	102.9
繊維(乾燥) (g)	29.0%	30.2%	30.1%	29.8%
ホウ素誘導の接着剤(乾燥) (g)	9.8%	9.9%	10.2%	10.0%
最大発熱率 (kW/m ²)	34.2	27.0	28.7	30.0
最初の2分間の発熱量 (kW・分・m ⁻²)	-8.3	-6.5	-6.5	-7.1

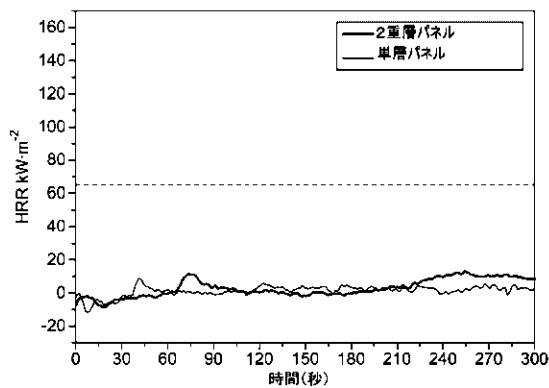
【図 1 3】



【図 1 4】

	P7	P8	P9	P10
繊維 :	:	:	:	:
最初の繊維質量 (g)	25.0	24.9	25.0	12.5
繊維量の数	4	4	4	2
最終質量の繊維+トライメチレンの難燃剤 (g)	14.1	13.6	13.1	6.4
ホウ素系等の難燃剤(重量%)	36.0	35.2	34.3	33.7
複合材 :	:	:	:	:
樹脂質量 (g)	73.6	73.6	73.6	36.8
硬化剤質量 (g)	11.0	11.0	11.0	5.5
硬化剤(重量%)	13.0	13.0	13.0	13.0
発泡剤質量 (g)	2.3	2.3	2.3	2.3
総質量(乾燥) (g)	103.8	98.7	101.0	50.2
繊維(乾燥) (g)	24.1	25.3	24.8	25.0
ホウ素誘導の難燃剤(乾燥) (g)	13.6	13.7	13.0	12.8
最大発熱率 ($\text{kJ/m}^2 \cdot \text{分}$)	17.3	14.3	16.0	9.2
最初の2分間の発熱熱量 ($\text{kJ/m}^2 \cdot \text{分} \cdot \text{m}^2$)	0.2	0.4	-0.2	-1.7

【図 1 5】



フロントページの続き

- (72)発明者 マルティン, ペドロ ペ
スペイン国 マドリード 28042, 38番 ビルディング 4-4番, アベニーダ スル
デル アエロプレント デ バラハス, ポーイング リサーチ アンド テクノロジー ヨー
ロッパ エス.エル.ユ
(72)発明者 ゴンサレスガルシア, アナ
スペイン国 マドリード 28042, 38番 ビルディング 4-4番, アベニーダ スル
デル アエロプレント デ バラハス, ポーイング リサーチ アンド テクノロジー ヨー
ロッパ エス.エル.ユ
(72)発明者 ラペーナ, ニエベス
スペイン国 マドリード 28042, 38番 ビルディング 4-4番, アベニーダ スル
デル アエロプレント デ バラハス, ポーイング リサーチ アンド テクノロジー ヨー
ロッパ エス.エル.ユ
(72)発明者 ブラボ, セルヒオ フィタ
スペイン国 マドリード 28042, 38番 ビルディング 4-4番, アベニーダ スル
デル アエロプレント デ バラハス, ポーイング リサーチ アンド テクノロジー ヨー
ロッパ エス.エル.ユ
(72)発明者 サンス, ビセント マルティネス
スペイン国 マドリード 28042, 38番 ビルディング 4-4番, アベニーダ スル
デル アエロプレント デ バラハス, ポーイング リサーチ アンド テクノロジー ヨー
ロッパ エス.エル.ユ
(72)発明者 フェルレル, フェラーン マルティ
スペイン国 マドリード 28042, 38番 ビルディング 4-4番, アベニーダ スル
デル アエロプレント デ バラハス, ポーイング リサーチ アンド テクノロジー ヨー
ロッパ エス.エル.ユ

【外国語明細書】

2012126387000001.pdf

2012126387000002.pdf

2012126387000003.pdf

2012126387000004.pdf

RESUMO JP2012126387A 11 PROBLEMA A SER RESOLVIDO: Fornecer um painel sanduíche usado como parte interna da aeronave. **SOLUÇÃO:** Além de fornecer uma função de acabamento, o painel sanduíche precisa ter certas propriedades mecânicas e resistência ao fogo suficiente para retardar a propagação do fogo no interior do veículo. A presente divulgação fornece um painel interior de aeronave 20 com peles 24, 26 compreendendo compósitos reforçados com fibra natural à base de uma resina termofixa inorgânica ou de uma resina termoplástica. Esses painéis fornecem a resistência necessária à chama e ao calor, permitem fácil reciclagem e descarte, são mais baratos e oferecem significativa economia de peso em relação aos painéis sanduíche convencionais.

CLAIMS JP2012126387A

1. 13 An aircraft interior panel comprising a core sandwiched between a first skin and a second skin, both of the first skin and the second skin having natural fibers fixed in a resin. An aircraft interior panel including a composite including a composite matrix.
2. 19 The aircraft interior panel of claim 1, wherein the natural fiber has been treated with a flame retardant, optionally a non-halogenated flame retardant.
3. 24 The aircraft interior panel of claim 2, wherein the flame retardant is one of a boron derivative, disodium octaborate tetrahydrate, and phosphate nanoparticles.
4. 29 An aircraft interior panel according to any one of claims 1 to 3, wherein the natural fiber is flax.
5. 34 The aircraft interior panel according to any one of claims 1 to 4, wherein the resin is an inorganic thermosetting resin and optionally contains an aluminum silicate derivative.

04-08-2020 1

6. 39 An aircraft interior panel according to any one of claims 1 to 4, wherein the resin is a thermoplastic resin and optionally comprises polypropylene or polylactic acid.
7. 44 7. An aircraft interior panel according to claim 6, including a flame retardant protective coating on at least one outer surface of the first and second skins.
8. 49 The aircraft interior panel of claim 7, wherein the resin comprises polypropylene and the protective coating comprises sodium silicate nanoparticles encapsulated within aluminum nanoparticles.
9. 55 The aircraft interior panel of claim 7, wherein the resin comprises polylactic acid and the protective coating comprises at least one nanoparticle of a phosphate, ammonium salt, nanographene, carbonate, and sodium silicate.
10. 61 10. The core of any one of claims 1-9, wherein the core comprises a paper honeycomb or a thermoplastic foaming agent such as a refractory thermoplastic foaming agent such as polyvinylidene fluoride foaming agent. Aircraft interior panel.

11. 67 The core is activated to increase adhesion to the first and second skins, for example by a dielectric barrier discharge process or chemical etching, or by using an adhesive. An aircraft interior panel according to any one of claims 1 to 10.

12. 73 An aircraft comprising one or more aircraft interior panels according to any one of claims 111.

13. 78 A method of manufacturing an aircraft interior panel according to any one of claims 1 to 11, wherein a laminate of the natural fiber cloth, the resin, and the core is cured to form the

04-08-2020 2

aircraft interior panel. A method including:

14. 84 Laminating the natural fibers, impregnating the resin with the natural fibers, curing the natural fibers and resin to form the first and second skins, and each side of the core. 14. The method of claim 13, comprising: stacking the first and second skins together to form a laminate, and curing the laminate to form the aircraft interior panel.

15. 91 Forming the laminate by laminating the natural fiber cloth impregnated with the resin on both sides of the core, and curing the laminate in a single step to form the aircraft interior panel. 14. The method of claim 13, comprising.

16. 97 16. The method according to any one of claims 13 to 15, comprising performing the curing by using a vacuum bag process, a mechanical press, or an autoclave.

17. 102 17. The method of any of claims 13-16, further comprising dipping the natural fiber in a flame retardant.

18. 107 18. The method of any one of claims 13 to 17, further comprising providing a flame retardant protective coating on at least one outer surface of the first and second skins.

19. 112 19. The method of claim 13, further comprising activating the surface of the core to improve the adhesion of the core to the first and second skins, or using an adhesive for the same purpose. The method according to any one of claims.

04-08-2020 3

DESCRIPTION JP2012126387A 10 A sandwich panel for use as an interior part of an aircraft. In addition to providing a finishing function, the sandwich panel must have certain mechanical properties and must be sufficiently fire resistant to prevent fire from spreading inside the vehicle. is there. The present disclosure provides an aircraft interior panel 20 having skins 24, 26 that include a composite material reinforced with a mineral-based thermosetting resin or a thermoplastic resin-based natural fiber. Such panels provide the necessary flame retardancy and heat resistance, allow easy recycling and disposal, are cheaper, and can be significantly lighter than conventional sandwich panels. [Selection diagram] Figure 2 18 Improved green aircraft interior panel

[0001] 22 The present disclosure relates to aircraft interior panels that make up a sandwich panel structure. Aircraft interior panels can be used in applications such as floors, ceilings, sidewalls, and storage containers.

[0002] 28 Sandwich panels are used in many aircraft interior applications such as floors, sidewalls, ceilings, and storage. These types of sandwich panels can also be used in similar applications in other types of transportation vehicles. In addition to providing the finishing function, the sandwich panel must have certain mechanical properties and also must be sufficiently fire resistant to suppress the spread of fire inside the vehicle.

[0003] 36 Of particular interest to applicants is the use of sandwich panels inside aircraft. Therefore, the following description will focus on the application of new "green" or environmentally friendly

04-08-2020 1

sandwich panels inside an aircraft. It is self-evident that the present disclosure can also extend to a general sandwich panel having the composition of an aircraft interior panel according to the claims. Such common sandwich panels enjoy much greater applicability, not just inside the airframe, and should not require any modification.

[0004] 45 Current aircraft interior panels are sandwich constructions with a core sandwiched between skins. The materials used in these panels are selected primarily for their fire resistant properties. In the case of commercial airlines, there are strict regulations governing the fire resistance properties of materials used in passenger cabins, as well as restrictions on the heat and smoke released during the combustion of such materials. As a result, phenolic-based glass fiber reinforced composites have been widely used in conventional aircraft interior components. In addition to suitable fire resistance, these composite-based panels can be molded into complex shapes, have high strength to weight ratios, low maintenance costs, and are usually easy to install.

[0005] 57 Generally, a prepreg of phenolic resin and glass fiber constitutes the skin of such a panel. Alternatively, the skin can be made from a composite of glass fiber and epoxy or carbon fiber and epoxy. All of these skin materials have known limitations. Phenolic resins are considered highly toxic and can cause skin problems such as dermatitis. Fiberglass causes inflammation of the skin, eyes, and upper respiratory system, resulting in skin rashes, pneumoconiosis, and silicosis, which look similar to poison ivy. When ingested, glass fibers can also cause gastrointestinal illness.

[0006] 67 Conventional panel cores are typically formed from Nomex (RTM) honeycombs containing aramid fibers. Although these fibers are heat resistant synthetic fibers, they have the wellknown drawback in that they cause small fibrils that are harmful to the lungs when broken and cause skin irritation.

[0007] 74 The use of such toxic skin and core materials presents a challenge during manufacturing, heating the resin, and when the fibers may be exposed after curing, and thus require careful handling. Therefore, personal protective equipment is needed during the manufacture of such panels. This is not the case after the part is made and installed on the

aircraft. However, when the aircraft is at the end of its life, the aircraft is discarded, and the parts are disposed of, more serious problems arise. This, of course, applies during the removal and disposal of interior

04-08-2020 2

panels at any stage of the life of the aircraft, such as during the refurbishment or conversion process. In addition, due to the toxic nature of the materials, these panels are not suitable for recycling and therefore are often eventually sent to landfills for landfill. The panel does not leach, but it still constitutes a harmful residue. This runs counter to the aerospace industry's current efforts to find products that provide better environmental performance.

[0008] 88 Therefore, the ideal situation would be one in which the sandwich panel retains excellent technical performance while being more environmentally friendly. For example, sandwich panels that are easier to recycle would be extremely advantageous.

[0009] 94 In view of this background, from the first aspect, the present disclosure resides in an aircraft interior panel that includes a core sandwiched between a first skin and a second skin, the first skin and the second skin. Both boards include natural fibers and resins. The natural fiber can be a natural fiber cloth. The first and second skins can form a skin.

[0010] 101 The use of natural fibers offers significant "green" benefits in terms of ease of recycling and disposal, as well as other advantages such as reduced weight and lower cost, as described in more detail below. . .

[0011] 107 To improve the performance of the sandwich panel in case of fire, the natural fibers can be treated with a flame retardant and then formed into a skin. 109 Non-halogenated flame retardants can be used, such as boron derivatives such as disodium octaborate tetrahydrate ($Na_2B_8O_13 \cdot 4H_2O$). Phosphate nanoparticles and/or nanographene can also be used as flame retardants to coat the fibers.

[0012] 115 Although many types of natural fibers can be used, flax is currently one of the preferred options.

[0013] 120 Optionally, the resin is an inorganic thermosetting resin, such as -Si-O-Al-O-Si-O-type (potassium, with a different Si:Al atomic ratio within the poly(sialate) structure. Calcium)

04-08-2020 3

poly(sialate-siloxo) and other aluminum silicate derivatives.

123 The resin can include components such as any and any combination of curing agents and anti-shrink additives. Suitable choices for hardeners include a mixture of aluminum and copper phosphate, and suitable choices for anti-shrink additives include composites derived from aluminum silicate and hollow glass microspheres. . .

[0014] 130 The resin can also be a thermoplastic resin such as polypropylene resin or polylactic acid resin. The resin can be used in a matrix that further comprises a flame retardant. Suitable choices for flame retardants within the polypropylene resin matrix include ammonium

polyphosphate, optionally as nanoparticles, and nanographene. Suitable choices for flame retardants within the polylactic acid resin matrix include ammonium polyphosphate, zinc borate, and nanographene, optionally as nanoparticles.

[0015] 139 The aircraft interior panel can include a flame retardant protective coating on at least one outer surface of the first and second skins. Optionally provided is a protective coating comprising sodium silicate nanoparticles encapsulated within aluminum nanoparticles on a first skin and/or a second skin when formed from polypropylene resin. .. Optionally, on a first skin and/or a second skin, formed from a polylactic acid resin, a phosphate, an ammonium salt, a nanographene, a carbonate, a sodium silicate, and an acrylic resin nano. A protective coating including particles is provided.

[0016] 149 Optionally, the core can include balsa wood, with or without fire resistance. Balsa wood is a natural product that is extremely easy to handle in terms of disposal and recycling. The core can contain a paper honeycomb. The core can include a thermoplastic foaming agent. In some embodiments, the core comprises a combination of balsa wood, paper honeycomb, and a thermoplastic foaming agent. When a thermoplastic blowing agent is present, it is preferably fire resistant, such as polyvinylidene fluoride (PVDF) blowing agent, polyetherimide based (PEI) blowing agent and the like. The advantage of using a foaming agent over conventional honeycomb structures would be increased sound insulation. This can provide passengers with a quieter and more comfortable environment when used inside an aircraft.

[0017] 162 The core and/or skin may be treated to improve adhesion, for example between the core and skin or between the skin and protective coating. For example, the core and/or skin may be

04-08-2020 4

subjected to a dielectric barrier discharge treatment, leaving one or more surfaces activated to improve adhesion. For example, an atmospheric air dielectric barrier discharge, or other surface activation mechanism, can be used for this purpose. Optionally, chemical etching can be used to treat the core and/or skin to enhance adhesion.

[0018] 171 In certain applications, aircraft interior panels may include more than three layers. For example, in addition to the core, the first skin, and the second skin, the aircraft interior panel may comprise additional skins or cores, or both skins and cores, or other layers. .. Other layers can include conventional finishes for decorative purposes, or flameproof coatings. The core can be sandwiched between a first skin and a second skin in all configurations, the first and second skins being configured outermost within the aircraft interior panel, ie, the first and second skins. The second skin provides the outer surface of the aircraft interior panel.

[0019] 181 The aircraft interior panels described above avoid the use of toxic materials. In other words, the aircraft interior panel can contain only natural materials or the aircraft interior panel does not contain toxic materials. As a result, aircraft interior panels are much easier and cheaper to handle during manufacture, recycling, or disposal. For example, when present in an aircraft that has reached the end of its life, a green aircraft interior panel is a

strict requirement to protect people working on the aircraft, as it lacks toxic materials that would require special handling. Without it, it can be removed and recycled or disposed of.

[0020] 191 It is important that the aircraft interior panel constructed above be able to achieve, or even exceed, the mechanical and fire resistant properties of conventional aircraft interior panels without incurring any weight penalty. For example, an aircraft interior panel constructed as described above passes Ohio State University (OSU) testing with FAA and EASA requirements and has a lower heat release value than, or similar to, conventional sandwich panels. In addition, these aircraft interior panels reduce the required heat and smoke production levels when burned. The performance of aircraft interior panels complies with, and may exceed, the certification requirements imposed on commercial aircraft.

[0021] 202 A further advantage of the aircraft interior panel according to the present disclosure is that conventional manufacturing processes can be used during construction, thus avoiding conversion costs.

04-08-2020 5

[0022] 208 Also, natural fibers are typically 45% to 80% cheaper than glass fibers.

[0023] 212 In addition to the above, there are additional significant benefits from aircraft interior panels according to the present disclosure. 214 This is because green aircraft interior panels are usually much lighter than conventional panels. 216 For example, aircraft interior panels according to the present disclosure that are the same size and configuration as conventional panels are much lighter. Most of this weight savings comes from the use of natural fibers instead of glass fibers. The typical density of glass fiber is about 2.6 g/cm³ and the typical density of flax fiber is about 1.5 g/cm³. This advantage is especially important in commercial aircraft, which can reduce the overall internal weight by 15% to 30% respectively when using thermoplastic and inorganic resin based panels. Especially for airlines, weight reduction on aircraft is always a high priority. This is because a reduction in weight leads to a reduction in fuel consumption. This provides significant cost savings to airlines when fuel costs are reduced and also provides significant environmental benefits due to reduced CO₂ emissions.

[0024] 229 It has been estimated that each kg reduction in weight on a typical commercial aircraft will reduce fuel combustion by 0.02 kg to 0.04 kg per hour. Given a typical aircraft life of 100,000 hours, each kilogram weight reduction results in a reduction of 4 tons of fuel combustion and a reduction of 12.5 tons of CO₂ emissions over the operating life of the aircraft. It In a typical aircraft that uses aircraft interior panels according to the present disclosure for typical configurations of cabin ceilings, floors, sidewalls, bulkheads, storage, and other components, panels made from inorganic resins In the case of, the weight is reduced by 200 to 500 kg, and in the case of the panel made of the thermoplastic resin, the weight of 100 kg to 250 kg is reduced. The reduction in weight is also equivalent to a reduction in CO₂ emissions of 2,500 to 6,500 tons over the life of the aircraft for panels made of inorganic resins, which is equivalent to panels made of thermoplastics. In this case, CO₂ emissions are reduced by 1,300 to 3,250 tons during the life of the aircraft. Moreover, because the sandwich

panels are easier to recycle and dispose of, further CO₂ savings can be achieved at the end of life.

[0025] 246 Furthermore, the energy for producing 1 kg of polylactic acid is 40 MJ for the particular case of thermoplastics and 77 MJ for polypropylene. Compare this to 139 MJ/kg for phenolic

04-08-2020 6

resin or 140 MJ/kg for epoxy resin. This means that 5,000-20,000 GJ of energy is saved each year if all epoxy based panels are replaced with thermoplastic based panels. On the other hand, studies of the effect of life span show that natural fibers in composite panels reduce the environmental impact by 66% compared to glass fibers (the energy for producing natural fibers is less than one third). If the panel contains 40% natural fiber instead of glass fiber, energy savings of 900-2,000 GJ can be realized each year. Compared to glass fiber reinforced thermoset composites, there is less environmental impact during the fabrication of the matrix of natural fibers and thermoplastics, thus providing additional environmental benefits such as reduced particle and gas emissions. You can also realize the above benefits. Therefore, replacing epoxy-based composites with thermoplastic composites produces large amounts of hazardous waste from inside the aircraft that can currently only be disposed of by incineration to emit CO₂ or landfill. To avoid being. Modern panels do not eliminate waste as much due to the degradable nature of these materials, but increase the amount of toxic substances released to the environment. However, the thermoplastic panels can be recycled and used for several additional applications such as pallets, wood plastic applications, insulating elements, and the like.

[0026] 267 The present disclosure also extends to an aircraft including any of the aircraft interior panels described above.

[0027] 272 The present disclosure also extends to a method of making any of the aircraft interior panels described above, the method comprising curing a laminate of natural fiber cloth, resin, and core to form the aircraft interior panel.

[0028] 278 Aircraft interior panels can be formed in a single step, two steps, or more than two steps. 279 For example, the first and second skins can be formed first and then joined to the core in a second step. 281 Therefore, this method, by laminating natural fiber cloth, impregnating the cloth with resin, curing the outer plate, and stacking the core between the outer plates to form a laminate, Curing the laminate to form an aircraft interior panel. Alternatively, in a single-step process, the method involves laminating natural fiber cloth on a core in one step, adding resin to form a laminate, and curing the laminate to form an aircraft interior panel. Can be included. Any of the above curing steps can be performed using a vacuum bag process. For example, the vacuum bag process can include curing for 30 minutes to 24 hours without vacuum pumping to prevent water depletion during polymerization of the inorganic thermosetting resin. This can be done in the temperature range of 25-80 degrees Celsius. Pressure can be

04-08-2020 7

applied (by use of atmospheric pressure, mechanical press, or autoclave) to miniaturize the assembly. Following these steps, the inorganic thermosetting material can be cured at room temperature while pumping with a vacuum pump until a constant weight is achieved. It has been found that this last step removes water after the inorganic thermosetting resin has polymerized. These steps are preferable for manufacturing using an inorganic thermosetting resin, but can also be used when using a thermoplastic resin. It may also include the additional step of adding a protective coating.

[0029] 300 The resin precursor can include any and any combination of curing agents and anti-shrink additives. The resin can include an aluminum silicate derivative and can optionally have different Al:Si ratios. Anti-shrink additives can include aluminosilicate derived composites or hollow glass microspheres and the like. The resin can also be a thermoplastic resin such as polypropylene resin or polylactic acid resin. The manufacturing process for thermoplastic based panels is described in detail below.

[0030] 309 The method can further include immersing the natural fiber cloth in the flame retardant solution. This step can be performed before reinforcing the resin with a natural fiber cloth. The flame retardant can be a boron derivative. Natural fibers can be dipped in a solution of flame retardant at 25-80 degrees Celsius for 20-80 minutes and then dried at room temperature. A flameproofing agent can be added to this resin.

[0031] 317 Optionally, the method further comprises adding an adhesive between the skin and the core, or treating the core to activate the surface of the core and improve the adhesion of the core to the skin. For example, one or more surfaces of the core can be activated using the following method or any other surface activation treatment. The method can include treating the core using a dielectric barrier discharge. This can be done by placing the core on the platen between the electrodes and applying a high voltage alternating current. The skin can be treated to improve the adhesion of the flameproof protective coating, for example using chemical etching.

[0032] 328 When building panels using thermoplastics, the equipment and processes are also compatible with those used to manufacture conventional interior components. The skin of the panel can be prefabricated using standard composite equipment for the fabrication of thermoplastic sheets (eg 200°C/min for polypropylene sheets, for polylactic acid based panels). In case of

04-08-2020 8

140°C/min). Then, following a process similar to the grinding core manufacturing method currently used for the fabrication of internal parts, followed by a hot plate press (eg, 100°C/min, 87 KN of force for either type of panel). Can be applied) to sandwich thermoplastic sheets, natural fibers, adhesives, and cores. The outermost skin can include a flame retardant coating that can be applied using conventional coating equipment. Additional finishing layers can also be applied following the same process currently used to fabricate conventional panels. It is advantageous that no additional investment is required to replace the existing equipment for manufacturing conventional panels to make new green panels.

[0033] 343 For thermoplastics-based panel assemblies, a fire resistant polyurethane-based adhesive can be used to attach the skin to the sandwich core. Polyurethane-based adhesives have been found to be the most convenient solution for the configurations tested, but are not the only option for attaching the skin and core. Alternative formulations and adhesive types can be used, such as epoxy-based adhesives, depending on the final properties required for the application.

[0034] 352 The core of the sandwich panel can be either a refractory paper honeycomb, balsa wood, or a refractory thermoplastic foaming agent. The type of core used can be selected depending on the properties required for the aircraft interior panel. The panels tested with these cores have shown good results in terms of fire resistance.

[0035] 359 With respect to the protective coating, the final protective coating can be applied to the skin, preferably the outermost skin, after the panel is assembled. This protective coating acts as a barrier to fire and increases the fire resistance of aircraft interior panels. The composition of this coating can be selected depending on the type of skin used and can be varied between polypropylene and polylactic acid based panels.

[0036] 367 As a first step prior to applying the protective coating, the surface of the skin can be activated by chemical etching. This process allows the adhesion of the protective coating to the surface to be optimized.

[0037] 373 Protective coatings developed for polypropylene-based panels can include sodium silicate

04-08-2020 9

nanoparticles encapsulated with alumina nanoparticles (10%). The protective coating can be applied by manually impregnating the surface of the skin with a solution of nanoparticles. The first layer can be applied on the surface and dried in an oven at 40°C for 10 minutes. A second layer (same side, same skin, etc.) can then be applied and dried again in the oven at 40° C. for 30 minutes.

[0038] 382 Protective coatings developed for polylactic acid-based panels can be made from phosphate, ammonium salt, nanographene, carbonate, and sodium silicate nanoparticles. Additionally, a small amount of acrylic resin can be added to the mixture of nanoparticles to improve the flexibility, tackiness, and thermal stability of the coating. The coating can be manually applied to the skin of an aircraft interior panel in a manner similar to that used for polypropylene based panels.

[0039] 391 In order that the present disclosure may be more readily understood, the preferred embodiments may now be described, by way of example only, with reference to the following drawings.

[0040] 397 1 is a perspective view of an aircraft interior panel according to the prior art. 398 1 is a perspective view of a green aircraft interior panel according to the first embodiment of the present disclosure. FIG. FIG. 6 is a perspective view of a green aircraft interior panel according to a second embodiment of the present disclosure. 1 is a schematic view of a method of

assembling a green aircraft interior panel according to the first embodiment of the disclosed method. FIG. 6 is a schematic view of a method of assembling a green aircraft interior panel according to a second embodiment of the disclosed method. FIG. 6 is a schematic diagram of a method of assembling a green aircraft interior panel according to a third embodiment of the disclosed method. FIG. 6 is a schematic view of a method of assembling a green aircraft interior panel according to a fourth embodiment of the disclosed method. FIG. 6 is a perspective view of a green aircraft interior panel according to a third embodiment of the present disclosure. FIG. 6 is a perspective view of a green aircraft interior panel according to a fourth embodiment of the present disclosure. FIG. 9 is a schematic view of a method of assembling a green aircraft interior panel according to a fifth embodiment of the disclosed method. FIG. 9 is a schematic view of a method of assembling a green aircraft interior panel according to a sixth embodiment of the disclosed method. 4 is a table showing tests performed on an inorganic thermosetting resin-based outer plate. 13 is a graph showing a test performed on the inorganic thermosetting resin-based outer plate of FIG. 12. 3 is a table showing tests performed on an inorganic thermoset-based aircraft interior panel.

04-08-2020 10

FIG. 15 is a graph showing tests performed on the inorganic thermosetting resin-based aircraft interior panel of FIG. 14.

[0041] 421 According to the prior art, the aircraft interior panel 10 comprises three layers as shown in FIG. The middle layer is a core 12 made from Nomex (RTM) honeycomb structure. The core 12 is sandwiched between an upper skin 14 and a lower skin 16. Both the upper skin 14 and the lower skin 16 include phenolic resin and glass fiber prepreg. The skin layers 14, 16 are attached to the core 12 using a phenolic resin that acts as an adhesive present in the prepreg.

[0042] 430 FIG. 2 shows a green aircraft interior panel 20 according to the first embodiment of the present disclosure. The green aircraft interior panel 20 comprises a core 22 sandwiched between an upper skin 24 and a lower skin 26. In contrast to the aircraft interior panel 10 of FIG. 1, the materials used in the panel 20 of FIG. 2 are environmentally friendly.

[0043] 437 The core 22 is a PVDF foaming agent and usually has a thickness of several mm. In alternative embodiments, the core 22 can include balsa wood or paper honeycomb. Corresponding upper and lower skins 24 and 26 are joined to the core 22. The skins 24, 26 each include a resin, a natural composite material made from natural fibers fixed in a thermosetting resin, which in this embodiment is an inorganic thermosetting resin. An embodiment using a thermoplastic resin will be described later. In this embodiment, there is only one flax fiber layer impregnated with aluminum silicate derivative resin. Inorganic thermosetting resins have excellent heat resistance and can withstand temperatures up to 1000 degrees Celsius. The heat resistance of natural fibers tends to be less good, so natural fibers can be treated with flame retardants as described in more detail in connection with some of the manufacturing methods according to this disclosure (eg., FIG. 5 and corresponding description).

[0044] 452 The present disclosure is not limited to aircraft interior panel structures comprising only three layers. It may include more than one core layer and may include more than one skin layer on either side of the core.

[0045]

04-08-2020 11

458 An example of a further green aircraft interior panel 30 is shown in FIG. The aircraft interior panel 30 includes five upper and lower outer skins 34, an inner upper skin 38, a core 32, an inner lower skin 40, and an outer lower skin 36, which are stacked in this order from top to bottom. With layers. The core 32 corresponds to the core 22 described with reference to FIG. Further, the outer plates 34, 36, 38, 40 correspond to the outer plates 24, 26 described with reference to FIG. 2. A pair of upper skins 34, 38 and lower skins 36, 40 can be provided to increase strength. These skins can be superposed in registered form, or they can be superposed while the layers are rotated (e.g. warp and weft threads of the outer upper skin 34 are placed inside the upper outer skin). It can be rotated 90 degrees with respect to the warp and weft threads of the plate 38).

[0046] 471 A method of manufacturing an aircraft interior panel according to the present disclosure will now be described. For simplicity, a three-layer green aircraft interior panel is described, but it will be readily understood that this method could easily be extended to panels with more than three layers.

[0047] 478 A simple manufacturing method is shown in FIG. At 100, skins 24, 26 are formed. This step 100 includes overlaying a natural fiber cloth, as shown at 102. For example, one linen layer is overlaid on each skin 24, 26. At 104, the thermosetting inorganic resin is impregnated with natural fibers and the mixture is cured to form the skins 24, 26. For example, an aluminum silicate derivative is used as the inorganic thermosetting resin and can be mixed with a curing agent. In addition, anti-shrink additives can be used. Composites derived from aluminum silicate used as a filler added at 1-15% by weight have been found to work well. A natural fiber cloth impregnated with a thermosetting resin can be introduced into a vacuum bag and pumped up by a vacuum pump to extract air. The skin may be cured under atmospheric pressure at a temperature in the range of 25-80 degrees Celsius for 30 minutes to 24 hours without pumping with a vacuum pump, or in a mechanical press or to reduce the size of the composite. Pressurized in autoclave. This can be followed by removal of water from the composite by vacuum pumping while curing at room temperature until a constant weight is achieved.

[0048] 495 Once the skins 24, 26 are formed in this manner, the skins 24, 26 are overlaid on opposite sides of the core 22, as shown in step 106. The outer plates 24 and 26 are arranged on both sides of the core 22, and an adhesive is applied between the outer plates and the surface of the core. Environmentally friendly adhesives (low volatility organic compounds) have been found to work well. In this embodiment, the core 22 comprises PVDF blowing agent. At 108,

04-08-2020 12

the complete sandwich panel 20 can be formed by curing the adhesive in a low temperature vacuum bag process at atmospheric pressure, or can be added in a mechanical press or autoclave to miniaturize the panel 20. Can be pressed.

[0049] 506 FIG. 5 shows a further embodiment of a manufacturing method according to the present disclosure. At 200, skins 24, 26 are formed. The first step 201 involves treating natural fibers with a flame retardant. For example, natural fibers can be formed into a fabric and soaked in a concentrated flame retardant solution at 25-80 degrees Celsius for 20-80 minutes. The soaked natural fiber fabric can then be dried at room temperature by hanging the fabric vertically until a constant weight is achieved. It has been found that the natural fibers thus produced retain 10% to 30% by weight of flame retardant.

[0050] 516 The method then continues in much the same manner as described above in connection with FIG. The treated natural fibers are overlaid at 202 and impregnated at 204 with a thermosetting inorganic resin. The skins 24, 26 thus formed are attached 206 to the core 22 and are formed 208 on the finished aircraft interior panel 20.

[0051] 523 The manufacturing method described in connection with FIGS. 4 and 5 includes a two-step panel assembly process in which the skins 24, 26 are first formed and then the complete aircraft interior panel 20 is assembled. However, any of these methods can be modified to use a one-step forming process that cures the skins 24, 26 and the complete panel 20 in only a single process.

[0052] 531 For example, FIG. 6 illustrates the method of FIG. 4 adapted to use a single curing step. At step 305, the surface of the core 22 is activated to improve the adhesion between the core 22 and the skins 24,26. This process can include exposing the PVDF core 22 to an atmospheric air dielectric barrier discharge (DBD). The DBD reactor can be equipped with a sinusoidal waveform, high voltage AC power supply operating at 40-80 Hz. The output power and the impedance of the working load acting are variable and controllable. The electrical discharge can be generated between a stationary electrode and a sliding platen with a foam core 22 attached. These electrodes can be formed from steel rods around which bare stainless steel wires with a diameter of 1.5 mm are wrapped. The platen can be 10 mm thick and can have a silicone rubber coating. Four cycles of power 0.87 kW and speed 40 m/min can be used, which is equivalent to a power density of 4.9 W/cm². This treatment

04-08-2020 13

has been found to activate the surface of the core 22 and make it more chemically reactive, thus significantly improving the adhesion between the core 22 and the skins 24,26.

[0053] 547 At 302, natural fiber fabrics as described above are overlaid. As shown in step 304, the thermosetting resin as described above is impregnated with two natural fiber cloths. At 306, one fiber fabric is overlaid on one side of the core 22 and the other fiber fabric is overlaid on the opposite side of the core 22. The aircraft interior panel 20 is then assembled at 308 in a single step using a vacuum bag process. As such, the composite skins 24, 26 are formed and attached to the core in a single step. The panel 20 can be introduced into a vacuum bag and pumped with a vacuum pump to extract air. The panel 20 can then be cured under

atmospheric pressure at 25-80 degrees Celsius for 30 minutes to 24 hours without vacuum pumping, or in a mechanical press or autoclave to improve the compaction of the composite. Can be pressurized. This can be followed by removal of water from the composite by vacuum pumping while curing at room temperature until a constant weight is achieved.

[0054] 561 FIG. 7 shows the adaptation of FIG. 5 as a single curing process. At 401, the natural fiber fabric is treated with a flame retardant, as described above. At 405, the core is processed in the DBD, as described above. The treated fiber fabrics are then laminated, as shown in step 402, and in step 404, the thermoset inorganic resin as described above is impregnated with the fiber fabric. At 406, one fiber fabric is overlaid on one side of the core 22 and the other fiber fabric is overlaid on the opposite side of the core 22. Then, as shown at 408, the complete aircraft interior panel 20 is formed in a single step using a vacuum bag process.

[0055] 571 It will be readily understood here that, in addition to FIGS. 6 and 7, the method of the preceding figures can be adapted to use a single curing step as with other variants of the general method. Will.

[0056] 577 FIG. 2 shows an aircraft interior panel 20 having an upper skin 24 and a lower skin 26 formed from an inorganic thermosetting resin. 579 An embodiment using a thermoplastic resin will now be described along with an exemplary manufacturing method.

[0057]

04-08-2020 14

584 FIG. 8 shows an aircraft interior panel 80 that comprises a sandwich structure. The core 82 is sandwiched between the upper skin 84 and the lower skin 86. The upper skin is provided with a protective coating 88.

[0058] 590 The core 82 includes a refractory and thermoplastic foaming agent. The core 82 can have a thickness of 4-5 mm. In an alternative embodiment, the core 82 comprises paper honeycomb. The core of the paper honeycomb can have a thickness of 10 mm or more.

[0059] 596 The upper skin 84 and the lower skin 86 have corresponding structures. Both the upper skin 84 and the lower skin 86 include natural fibers such as flax fixed in a thermoplastic resin. The natural fibers can be those described above in connection with FIGS. 2 and 3. The thermoplastic resin used in the embodiment of FIG. 8 is polypropylene.

[0060] 603 The composite matrix can be modified with non-halogenated flame retardants. For example, ammonium polyphosphate (50% concentration) and nanographene (5% concentration) can be added to a polypropylene matrix. Compatibilizers can be added to improve the incorporation of flame retardants within the matrix. Further, the natural fibers can be treated with a flame retardant, ie, non-halogenated nanoparticle flame retardants such as nanophosphate, thereby forming a protective coating over the natural fibers.

[0061] 612 In the embodiment of FIG. 8, the upper skin 84 comprises a protective coating 88. In an alternative embodiment, the lower skin 86 also comprises a protective coating 88. The protective coating 88 can be a refractory nano coating. When applied to only one skin 84 or

86, when the aircraft interior panel 80 is installed in an aircraft, this skin 84 or 86 becomes the passenger side skin.

[0062] 620 The protective coating 88 is applied to the upper skin 84 formed of polypropylene resin. The protective coating 88 includes two protective layers, but for clarity only a single layer is shown in FIG. Each layer comprises nanoparticles of sodium nanosilicate encapsulated within aluminum nanoparticles and the two layers are applied in sequence.

04-08-2020 15

[0063] 627 In some embodiments, aircraft interior panel 80 does not include protective coating 88.

[0064] 631 FIG. 9 illustrates another embodiment of an aircraft interior panel 90 that includes a thermoplastic. 633 The aircraft interior panel 90 comprises a core 92 sandwiched between an upper skin 94 and a lower skin 96. Although the outer surfaces of both the upper skin 94 and the lower skin 96 are provided with a protective coating 98, in some cases only one of the skins 94 or 96 need be provided with the protective coating 98. In fact, in some embodiments, neither the upper skin 94 nor the lower skin 96 need include a protective coating 98.

[0065] 641 The core 92 includes a refractory and thermoplastic foaming agent. The core 92 can have a thickness of 4-5 mm. In an alternative embodiment, the core 92 comprises a paper honeycomb. The core of the paper honeycomb can have a thickness of 10 mm or more. In an alternative embodiment, the core 92 comprises balsa wood.

[0066] 648 The upper skin 94 and the lower skin 96 have corresponding structures. Both the upper skin 94 and the lower skin 96 include natural fibers such as flax fixed in a thermoplastic resin. The natural fibers can be those described above in connection with FIGS. 2 and 3. The thermoplastic resin used in the embodiment of FIG. 9 is polylactic acid.

[0067] 655 The composite matrix can be modified with non-halogenated flame retardants. For example, ammonium polyphosphate (25% concentration), zinc borate (5% concentration), and nanographene (1% concentration) can be added to a polylactic acid matrix. Compatibilizers can optionally be added to improve incorporation of the flame retardant within the matrix. Further, the natural fibers can be treated with a flame retardant, ie, non-halogenated nanoparticle flame retardants such as nanophosphate, thereby forming a protective coating over the natural fibers.

[0068] 665 In the embodiment of FIG. 9, both upper skin 94 and lower skin 96 are provided with corresponding protective coatings 98. The protective coating 98 can be a refractory nano coating. The protective coating 98 can include nanoparticles of nanosodium silicate,

04-08-2020 16

ammonium salts, nanographene, sodium carbonate, or sodium silicate encapsulated within aluminum nanoparticles.

[0069] 673 Further embodiments of the manufacturing method will now be described with reference to Figures 10 and 11. These manufacturing methods can be used to manufacture any

of the embodiments of the aircraft interior panel according to the present disclosure and the aircraft interior panels 20, 30, 80, 90 described above. However, the following method is particularly preferred for manufacturing aircraft interior panels according to the embodiments of Figures 8 and 9.

[0070] 682 A fifth embodiment of a method of manufacturing an aircraft interior panel is shown in FIG. As an example, the method is described in connection with the aircraft interior panel 80 of FIG. 8, but the method is applicable to any aircraft interior panel constructed in accordance with the present disclosure. The manufacturing method of FIG. 10 is similar to the method of FIG. 5 described above. This method is a two-step panel assembly process in which the skins 84, 86 are first formed and then the complete aircraft interior panel 80 is assembled.

[0071] 691 At 500, skins 84, 86 are formed. The first step 501 comprises treating a natural fiber, in this embodiment flax, with a flame retardant. For example, natural fibers can be formed into a fabric. Natural fibers can be dipped into a concentrated solution of flame retardant nanoparticles (eg, nanophosphate). This inhibitor can be used with any aircraft interior panel according to the present disclosure, including all embodiments described herein. The natural fibers can be soaked for 30 seconds and then dried in an oven at 60 degrees Celsius for 30 minutes. This process can be repeated several times to increase the flame retardant concentration.

[0072] 702 The method then continues at step 502, which involves laminating a flame retardant coated natural fiber fabric. For example, one fabric layer is overlaid on each of the skins 84, 86. At 504, a natural fiber mixture of thermoplastics is used to impregnate natural fibers. This resin mixture contains polypropylene resin (concentration 41%), and to increase the fire resistance, a matrix of polypropylene is added with ammonium polyphosphate (concentration 50%) and nanographene (concentration 5%). To improve the compatibility between the matrix, the flameproofing additive, and the natural fiber cloth, a low concentration of a compatibilizer (4% concentration) such as a binder, Integrate NP507-030, can be added. This

04-08-2020 17

resin mixture can be extruded to obtain a polymer sheet having a thickness of 200 µm or less combined with a natural fiber cloth.

[0073] 715 A linen fiber cloth may be sandwiched between a pair of extruded resin mixture sheets to form the skins 84,86. The laminate can then be held at a temperature of 200 degrees Celsius and a pressure of 87 kN for 1 minute, and the resulting skins 84, 86 can then be cooled to room temperature.

[0074] 722 Once the skins 84, 86 are formed in this manner, the skins 84, 86 are overlaid on both sides of the core 82, as shown in step 506. Outer skins 84, 86 are located on opposite sides of the thermoplastic foam core 82 and a fire resistant adhesive is applied between the outer skin and the core surface. Polyurethane-based adhesives and epoxy-based adhesives are good choices for this adhesive. At 508, the adhesive is cured to form the complete aircraft interior panel 80.

[0075] 731 At step 510, a protective coating can be added to the upper skin 84. First, the outer surface of the upper skin 84 can be activated by chemical etching to improve the adhesion of the nanocoating to the outer surface. The nanocoatings used in this embodiment include sodium silicate nanoparticles encapsulated within aluminum nanoparticles. This coating can be used with any aircraft interior panel according to the present disclosure, including all embodiments described herein. This coating can be applied to the activated outer surface of the upper skin 84 by manually impregnating the surface with the nanoparticle solution. The first layer can be applied and then dried in an oven at 40 degrees Celsius for 10 minutes. The second layer can then be applied in the same manner and dried in an oven at 40 degrees Celsius for 30 minutes. In this way, the aircraft interior panel 80 is completed.

[0076] 744 The method of FIG. 10 can be adapted as follows to form the aircraft interior panel 90 of FIG.

[0077] 748 At 600, skins 94, 96 are formed. 749 At step 601, natural fibers, in this embodiment flax, can be treated with a flame retardant. For example, natural fibers can be formed into a fabric. Natural fibers can be dipped into a concentrated solution of flame retardant nanoparticles (eg, nanophosphate). This inhibitor

04-08-2020 18

can be used with any aircraft interior panel according to the present disclosure, including all embodiments described herein. The natural fibers can be soaked for 30 seconds and then dried in an oven at 60 degrees Celsius for 30 minutes, as previously described in connection with FIG. This process can be repeated several times to increase the flame retardant concentration.

[0078] 760 The method then continues at step 602 with laminating the flame retardant coated natural fiber fabric, such as by laminating one fabric layer to each of the skins 94, 96. At 604, a natural fiber mixture is used to impregnate the natural fibers with a thermoplastic, inorganic resin mixture. In this embodiment, the resin mixture contains a polylactic acid resin (69% concentration) and the matrix contains aluminum polyphosphate (25% concentration), zinc borate (5% concentration) to promote fire resistance. , And nanographene (concentration 1%) are added. This resin mixture can be extruded to obtain a polymer sheet having a thickness of 200 µm or less combined with a natural fiber cloth.

[0079] 771 A linen fiber cloth can be sandwiched between a pair of extruded resin mixture sheets to form the skins 94, 96. The laminate can then be held at a temperature of 140 degrees Celsius and a pressure of 87 kN for 1 minute, then the resulting skins 94, 96 can be cooled to room temperature.

[0080] 778 Once the skins 94, 96 are formed in this manner, the skins 94, 96 are overlaid on either side of the core 92, as shown in step 606. Skins 94, 96 are located on opposite sides of the thermoplastic foam core 92, and a fire resistant adhesive, such as a polyurethane-based or epoxy-based adhesive, is applied between the skin and the core surface. At 608, the adhesive is cured to form a complete aircraft interior panel 90.

[0081] 786 At step 610, protective coatings may be added to the upper skin 94 and the lower skin 96. This method was described in step 510 of FIG. In summary, the outer surface of each skin 94, 96 can be activated by chemical etching and a nanocoating can be applied. The nanocoating of this embodiment comprises nanoparticles of phosphate, ammonium salt, nanographene, carbonate, and sodium silicate. A small amount of acrylic resin can be added to improve the flexibility, tackiness, and thermal stability of the protective coating. This coating can be used with any aircraft interior panel according to the present disclosure, including all embodiments described herein. This coating can be applied in two layers by

04-08-2020 19

manual impregnation. The first layer can be applied and then dried at 40 degrees Celsius for 10 minutes, and the second layer can be applied and dried at the same temperature for 30 minutes. Thus, the aircraft interior panel 90 is completed.

[0082] 800 The manufacturing method described in connection with FIGS. 10 and 11 includes a two-step panel assembly process in which the skins 84, 86, 94, 96 are formed first, and then the complete aircraft interior panel 80, 90 is assembled. To be However, these methods cure the skins 84, 86, 94, 96 and the complete panels 80, 90 in only a single process similar to that already described in connection with FIGS. 6 and 7. Modifications can be made to the process of forming steps.

[0083] 809 It will be apparent to those skilled in the art that modifications can be made to the above embodiments without necessarily departing from the scope of the present disclosure as defined in the appended claims.

[0084] 815 For example, the method described above in connection with a three-layer aircraft interior panel 20 can be readily adapted to four or more layers of aircraft interior panels. 817 For example, the number of skin layers overlaid on the core can be increased from one on either side. It can also include more than one core layer.

[0085] 822 Various aircraft interior panels and various manufacturing methods have been described. It will be appreciated that different methods can be applied to make the different panels described.

[0086] 828 An exemplary structure is described next and its temperature resistant behavior is presented.

[0087] 832 The fire resistance of the skins was tested for FAA and EASA requirements for aircraft interiors. 834 A skin containing a composite of an inorganic thermosetting matrix derived from aluminum silicate and a natural fiber containing 10 to 30% by weight boron-derived flame retardant

04-08-2020 20

was exposed to radiant heat. .. Three samples were suspended vertically in an environmental chamber. A constant air flow was passed through the chamber. Sample exposure was determined by a radiant heat source tuned to produce the desired total heat flux of 3.5

W/cm² on the specimen. Combustion was initiated using pilot ignition. The combustion products exiting the environmental chamber were monitored and used to calculate the exotherm rate.

[0088] 845 FIG. 12 is a table presenting the results for three sample skins made from an inorganic thermosetting resin. The exothermic peak and total calorific value after 2 minutes are well within the limits set by the Federal Aviation Administration (FAA). FIG. 13 is a graph showing the amount of heat generation for these samples over time.

[0089] 852 Four sandwich panels made from an inorganic thermosetting resin were also constructed and tested. FIG. 14 is a table showing the composition of each sandwich panel together with the results of the exothermic test. These tests were performed in the same manner as for the skin samples described above. Again, the peak and total calorific values were found to be well within FAA requirements. FIG. 15 is a graph of heat generation amount for each time.

[0090] 860 20 Green aircraft interior panel 22 Core 24 Upper skin 26 Lower skin 30 Green aircraft interior panel 32 Core 34 Outer upper skin 36 Outer lower skin 38 Inner upper skin 40 Inner lower skin 80 Aircraft inner panel 82 Core 84 Upper outer panel 86 Lower outer panel 88 Protective coating 90 Aircraft inner panel 92 Core 94 Upper outer panel 96 Lower outer panel 98 Protective coating

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) **公開特許公報 (A)**

(11)特許出願公開番号

特開平5-208465

(43)公開日 平成5年(1993)8月20日

(51)Int.Cl.⁵

B 32B 3/12

識別記号

庁内整理番号

Z 7016-4F

F I

技術表示箇所

(21)出願番号

特願平3-62666

(22)出願日

平成3年(1991)3月4日

審査請求 未請求 請求項の数1(全5頁)

(71)出願人 000006644

新日鐵化学株式会社

東京都中央区銀座5丁目13番16号

(72)発明者 伊藤 栄記

千葉県木更津市清見台南4-12

(72)発明者 島 美樹男

千葉県君津市陽光台3-3-2

(72)発明者 窪寺 一直

千葉県木更津市清見台3-2-38

(74)代理人 弁理士 佐野 英一

(54)【発明の名称】 サンドイッチパネル

(57)【要約】

(目的) 軽量且つ耐衝撃性に優れ、航空機の床材用として特に好適なサンドイッチパネルを提供すること。

(構成) UDプリプレグに使用する炭素繊維の25%以上が引張強度400kgf/mm²以上、引張破断時の伸度が1.7%以上であり、コア材としてアラミド不織布から成形されたハニカムを用い、前記UDプリプレグ製表面材を該コア材に積層する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】コア材と表面材とから構成されるパネルにおいて表面材に纖維が斜交する一対以上の一方向性炭素纖維プリプレグからなる炭素纖維強化プラスチックを使用し、且つ該炭素纖維の使用量の少なくとも25%以上が、引張強度400kgf/mm²以上、引張り破断時の伸度が1.7%以上の炭素纖維であり、さらに、コア材として芳香族ポリアミド不織布から成形されたハニカムを使用することを特徴とするサンドイッチパネル。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、サンドイッチパネルに係わり、特に航空機の内装材、就中、床材用に好適なハニカムサンドイッチパネルに関する。

【0002】

【従来の技術】サンドイッチパネルはコアの両面に表面材を重ね合わせ、接着して作られる成形体であるが、通常、コア材としてはアルミニウムに代表される金属ハニカム、芳香族ポリアミド不織布から成形される有機纖維製ハニカム、或いは紙を加工して得られるペーパーハニカム等のハニカム構造体と、ポリウレタンフォーム、フェノールフォーム、各種ビニルフォーム等のフォーム構造体がある。又、表面材としては、通常、ガラス纖維、炭素纖維、アラミド纖維等を用いた纖維強化複合材料や、アルミニウム、銅等の金属薄板が、単独、あるいは、複合されて使用される。

【0003】このように構成されるサンドイッチパネルは、軽量、且つ強度、剛性に優れていることから、近年、航空機、車輛、船舶等の輸送機器に使用され、軽量化を行うことにより、燃料費の軽減を計ったり、また建築分野においては、軽量化による建築物の高層化、および工事の簡略化を目的に使用されている。

【0004】このようなサンドイッチパネルの強度、剛性等はコア材の材質、密度、形状と、表面材の材質、厚み等、および、コア材と表面材の接着力等により定まり、これらは各々の使用用途毎に、材料が適宜選択される。

【0005】特に纖維強化複合材料を表面材に使用する場合、纖維としては、性能面から長纖維が好んで用いられるが、主に纖維を一方向に引き揃えた一方向性プリプレグ（以下UDプリプレグと略記する）および、織物プリプレグが单層あるいは、2層以上積層して使用される。特に、UDプリプレグを使用する場合は方向によってその性能が著しく異なることから、積層角を代えて纖維が斜交するよう2層以上を積層して用いられるのが通常である。

【0006】また、航空機の床材用のサンドイッチパネルには色々な特性が要求されるが、これらのうち、単位重量あたりの力学的な特性、特に、引張、曲げ、および衝撃特性は重要な特性である。従来は表面材に使用する

強化纖維は、価格の点で安価なガラス纖維が使用されてきたが、近年、より軽量化の要望により、ガラス纖維よりも、比強度、比弾性率の優れた炭素纖維が使用されるようになってきた。

【0007】しかし通常、釣り竿や、ゴルフクラブ等に使用されている高強度炭素纖維（引張強度ほぼ400kgf/mm²、破断伸度ほぼ1.5%）を航空機の床材用サンドイッチパネルに使用するには耐衝撃性が低く、この為、サンドイッチパネルの表面材にガラスクロスや熱可塑性のフィルム等を接合し、耐衝撃性の向上を行っていたが、これらのクロス材や、フィルムはサンドイッチパネルの重量を重くするという欠点があった。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】従って本発明の目的とする所は軽量且つ耐衝撃性に優れ、航空機の床材用として特に好適なサンドイッチパネルを提供することにある。

【0009】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、以上の課題を解決するために、鋭意検討を行った結果、本発明を成したもので、その要旨は、コア材と表面材から構成されるパネルにおいて表面材に纖維が斜交する一対以上の一方向性炭素纖維プリプレグからなる炭素纖維強化プラスチックを使用し、且つ該炭素纖維の使用量の少なくとも25%以上が、引張強度400kgf/mm²以上引張り破断時の伸度が1.7%以上の炭素纖維であり、さらにコア材として芳香族ポリアミド不織布から形成されたハニカムを使用することを特徴とするサンドイッチパネルにある。

【0010】以下本発明を詳細に説明する。まず本発明に用いられる表面材に使用される炭素纖維は、全使用量のうち、少なくとも25%以上が引張強度400kgf/mm²以上、引張り破断時の伸度が1.7%以上の炭素纖維である必要がある。

【0011】この場合、引張強度400kgf/mm²以上、引張り破断時の伸度が1.7%以上の炭素纖維が25%未満であると、耐衝撃性が低く、耐衝撃性を向上させるためにサンドイッチパネルの表面に各種のクロス、あるいは各種のフィルムを必要とし、これによりサンドイッチパネルの重量が増加するという点で好ましくない。

【0012】又、この炭素纖維強化プラスチックのマトリックスとなる樹脂は熱硬化性樹脂としては、本発明パネルの使用用途が航空機の内装材であることを考慮して、燃焼特性に優れたエボキシ樹脂、フェノール樹脂等が挙げられる。又、熱可塑性樹脂に関しては、同様に、本発明パネルの使用用途が航空機の内装材であることを考慮して、燃焼特性に優れた、ポリエーテルイミド、ポリエーテルエーテルケトン等が挙げられる。

【0013】又、これらの樹脂は、その特性を向上させる為に、1種あるいは2種以上を組合せて使用しても

良く、また他の改質材、難燃材、変性材等を添加しても良い。

【0014】これとは別に、サンドイッチパネルの特性を向上させるために、例えば、耐摩耗性を向上させるために、必要に応じてパネルの表面に各種のフィルム、例えば、ポリフッ化ビニル、ポリエーテルイミド、ナイロン等や、各種の繊物、例えば、ガラス繊維織物、炭素繊維織物、アラミド繊維織物、ポリエーテルエーテルケトン繊維織物、或いは、アルミニウム箔、銅箔等の金属箔等を併用しても良い。

【0015】また本発明においては、コア材として芳香族ポリアミド不織布から成形されたハニカムを使用し、これに前記表面材を接着してパネルとして構成されるものであるが、ここでいう芳香族ポリアミド不織布とは、例えばデュポン社製のノーメックスの如きアラミド繊維不織布を紙状にしたもので、これをハニカム状に加工したのち、フェノール樹脂を含浸させ、コア材（例えば昭和飛行機工業（株）製ノーメックスハニカム）として使用するものである。

【0016】この場合、金属ハニカム或いはペーパーハニカムを本発明で使用しない理由は、金属ハニカムでは、航空機の内装材に使用した場合、長年の使用中において、金属ハニカムが腐食するためであり、又、ペーパーハニカムを使用をすると、難燃性の点で問題があるためである。

【0017】また、本発明のコア材となるハニカム構造体とは、一般に平面が六角形状の筒を組み合わせた蜂の巣状の板状物を指すが、本発明においてはその断面は六角形でない他の三角、四角、五角、七角、八角等の多角形でも又円形、不定形でも良く、特にその形状は限定しないが、好ましくは、その筒の直径は2～10mmで、筒側面の厚みは0.01～1.0mmで、筒の高さは5～50mmである。

【0018】なお表面材とコア材を接着する場合の方法については特に制限は無く、接着剤を用いて接着しても、またUDプリプレグ中に含有される樹脂により接着しても問題は無く、成形方法についても、加熱加圧成形法、オートクレーブ成形法、真空バッグ成形法等の如何なる成形方法を用いて、成形してもよい。

【0019】

【実施例】以下実施例により、本発明をさらに詳述する。尚、以下に示した実施例の各値は以下の方法に従い測定した。

【0020】(1)衝撃強度

図1に示したように、100mm角のサンドイッチパネル試験片aに接した直径14mmの曲率を持つ重量908gの圧子bに、2ポンドの重量を持つ落下体cを高さを変化させて落下させ、そのときの衝撃エネルギーを（2ポンド×落下体の高さ）で表した。衝撃強度は、落下後にサンドイッチパネルの表面を観察し、UDプリプレグ

の繊維が破断しない最大衝撃エネルギーを目視にて判断した。

【0021】(2)曲げ強度

幅50mm、長さ610mmのサンドイッチパネル試験片aを図2に示したように上部スパン254mm、下部スパン508mmのスパン長にて、4点支持し、クロスヘッドスピード25.4mm/minにて4点曲げ試験を行った。変位量の測定は試験片中央部のノギス測定により行った。

【0022】(実施例1) Hi-CARBORON（旭化成社製炭素繊維；引張強度400kgf/mm²、引張破断伸度1.5%）とマグナマイト（IM-6G、住友化学社製、引張強度510kgf/mm²、引張破断伸度1.78%）の2種類の炭素繊維をそれぞれフェノール樹脂（新日鐵化学社製；PR-220）に含浸させ、炭素繊維目付け75g/m²、樹脂含有率37wt%の2種類の一方向性プリプレグを製造した。以下の説明ではHi-CARBORONを用いたプリプレグをプリプレグ(a)、マグナマイトを用いたプリプレグをプリプレグ(b)と便宜上記めた。これら2種類のプリプレグを用い、コア材側から順に、プリプレグ(a)/プリプレグ(a)/プリプレグ(a)/プリプレグ(b)の順で0°/90°/90°/0°方向に4層積層したのち、このプリプレグの両側にガラス繊維織物（KS-5370：鐘紡（株）製 平織り）を重合わせたものを表面材とし、オートクレーブにて、140°Cで1時間、170°Cで1時間、面圧、3kgf/cm²+真空圧下で成形を行った。得られた表面材とノーメックスハニカム（SAH-1/8-4.0 昭和飛行機工業（株）製）を合わせ、プレス成形法にて、140°C、7kgf/cm²にて2時間成形を行い、サンドイッチパネルを成形した。得られたサンドイッチパネルから、各々、衝撃特性、曲げ強度用の試験片を切り出し評価を行った。

【0023】(比較例1) 実施例1に使用したプリプレグ(b)をプリプレグ(a)に変えた以外は実施例1と全く同条件下でサンドイッチパネルを作成し、評価を行った。

【0024】(実施例2) 実施例1に使用した表面材の構成を、コア材から順に、プリプレグ(a)/プリプレグ(a)/プリプレグ(b)/プリプレグ(b)に変えた以外は、実施例1と全く同条件下でサンドイッチパネルを作成し、評価を行った。

【0025】(実施例3) 実施例1に使用した表面材の構成を、コア材から順に、プリプレグ(a)/プリプレグ(b)/プリプレグ(b)/プリプレグ(b)に変えた以外は、実施例1と全く同条件下でサンドイッチパネルを作成し、評価を行った。

【0026】(実施例4) 実施例1に使用した表面材の構成を、コア材から順に、プリプレグ(b)/プリプレグ(b)/プリプレグ(b)/プリプレグ(b)に変え

た以外は、実施例1と全く同条件下でサンドイッチパネルを作成し、評価を行った。

【0027】(比較例2) 比較例1に使用したガラス繊維織物(KS-5370:鐘紡(株)製 平織り)をブ

リプレグの両面に2層ずつ重ね合わせた以外は比較例1と同様にサンドイッチパネルを作成し、評価を行った。

【0028】

【表1】

	実施例				比較例	
	1	2	3	4	1	2
曲げ強度 (kgf/5cm幅)	98	100	105	105	92	93
衝撃強度 *1 (lbs inch)	24	28	35	45	18	20
パネル重量 (kg/m ²)	2111	2109	2108	2107	2110	2250

【0029】

【発明の効果】本発明によれば、特に航空機の床材用として優れた軽量且つ高耐衝撃性のサンドイッチパネルを提供することが可能となるものであり、実用上の効果は極めて顕著である。

【0030】

【図面の簡単な説明】

【図1】実施例に用いられた衝撃強度の測定手段を示す

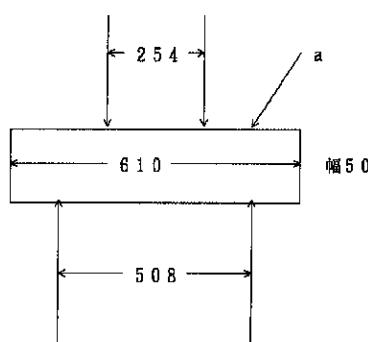
模式図である。

【図2】実施例に用いられた曲げ特性の測定条件を示す模式図である。

【符号の説明】

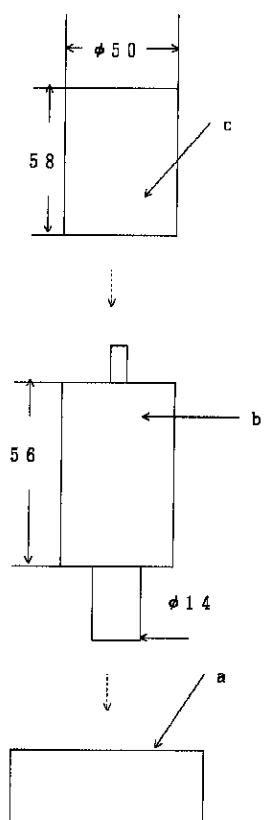
- a サンドイッチパネル試験片
- b 圧子
- c 落下体

【図2】



寸法: 単位mm

【図1】



寸法：単位mm

RESUMO JPH05208465A 11 OBJETIVO: Fornecer painel sanduíche leve, excelente em resistência ao impacto e especialmente adequado para o material de piso da aeronave.

CONSTITUIÇÃO: O painel sanduíche em questão é produzido pelo material do núcleo de laminação, no qual é empregado o favo de mel formado a partir de tecido não tecido de aramida, para o material de revestimento pré-impregnado UD, no qual 25% de mais fibras de carbono usadas no pré-impregnado UD têm resistência à tração de 400kgf / mm <2> ou mais e alongamento à tração à ruptura de 1,7% ou mais.

DESCRIPTION JPH05208465A

[0001] 13 BACKGROUND OF THE INVENTION 1. Field of the Invention The present invention relates to a sandwich panel, and more particularly to a honeycomb sandwich panel suitable for aircraft interior materials, especially floor materials.

[0002] 19 2. Description of the Related Art A sandwich panel is a molded product made by laminating surface materials on both sides of a core and adhering them to each other. Usually, the core material is molded from a metal honeycomb typified by aluminum or an aromatic polyamide nonwoven fabric. There are honeycomb structures such as organic fiber honeycombs or paper honeycombs obtained by processing paper, and foam structures such as polyurethane foam, phenol foam, and various vinyl foams. As the surface material, usually, a fiber-reinforced composite material using glass fiber, carbon fiber, aramid fiber or the like, or a metal thin plate such as aluminum or copper is used alone or in combination.

[0003] 30 Since the sandwich panel configured as described above is lightweight and excellent in strength and rigidity, it has recently been used for transportation equipment such as aircraft, vehicles, and ships, and by reducing the weight, fuel cost can be reduced. In the construction field, it is used for the purpose of increasing the height of buildings by weight reduction and simplifying construction.

[0004]

04-08-2020 1

38 The strength, rigidity, etc. of such a sandwich panel are determined by the material, density, and shape of the core material, the material, thickness, etc. of the surface material, the adhesive force between the core material and the surface material, etc. In addition, the material is appropriately selected.

[0005] 45 Particularly when a fiber-reinforced composite material is used as a surface material, long fibers are preferred as the fibers from the viewpoint of performance, but mainly unidirectional preps (hereinafter abbreviated as UD prep) in which fibers are aligned in one direction) And a woven fabric prep are used in a single layer or a laminate of two or more layers. 49 In particular, when a UD prep is used, its performance remarkably differs depending on the direction. Therefore, it is usually used by laminating two or more layers so that the fibers are obliquely crossed by changing the laminating angle.

[0006] 55 Further, sandwich panels for aircraft flooring are required to have various properties. Among them, mechanical properties per unit weight, particularly tensile, bending and impact properties are important properties. 58 Conventionally, glass fiber, which is inexpensive in terms of price, has been used as the reinforcing fiber used in the surface material, but in recent years, due to the demand for lighter weight, carbon fiber having a higher specific strength and a higher specific elastic modulus than glass fiber has come into use.

[0007] 65 However, high-strength carbon fiber (tensile strength of about 400 kgf/mm², breaking elongation of about 1.5%), which is usually used for fishing rods and golf clubs, is not shockresistant when used for sandwich panels for aircraft flooring. Since it has low resistance, the surface material of the sandwich panel was joined with glass cloth or thermoplastic film to improve the impact resistance. However, these cloth materials and films increase the weight of the sandwich panel. There was a drawback that

[0008] 74 SUMMARY OF THE INVENTION Therefore, the object of the present invention is to provide a sandwich panel which is lightweight and has excellent impact resistance and which is particularly suitable for aircraft flooring.

[0009]

04-08-2020 2

80 Means for Solving the Problems The inventors of the present invention have made extensive studies in order to solve the above-mentioned problems, and as a result, the present invention has been achieved. The gist of the invention is to configure a core material and a surface material. In the panel to be used, a carbon fiber reinforced plastic comprising a pair of unidirectional carbon fiber preps in which fibers are obliquely crossed is used as a surface material, and at least 25% or more of the amount of the carbon fibers used has a tensile strength of 400 kgf/mm². The sandwich panel is characterized by using a carbon fiber having an elongation at tensile rupture of 1.7% or more and further using a honeycomb formed of an aromatic polyamide nonwoven fabric as a core material.

[0010] 92 The present invention will be described in detail below. 93 First, the carbon fiber used in the surface material used in the present invention is a carbon fiber having a tensile strength of 400 kgf/mm² or more and an elongation at break of 1.7% or more in at least 25% of the total amount used. Need to be

[0011] 99 In this case, when the tensile strength is 400 kgf/mm² or more and the elongation at break of 1.7% or more of the carbon fibers is less than 25%, the impact resistance is low and the sandwich panel is improved in order to improve the impact resistance. Various cloths or various films are required on the surface, which is not preferable because the weight of the sandwich panel increases.

[0012] 107 Further, the resin which becomes the matrix of this carbon fiber reinforced plastic is a thermosetting resin, considering that the use of the panel of the present invention is an interior material of an aircraft, epoxy resin, phenol resin, etc. having excellent combustion characteristics. Are listed. 111 Further, regarding the thermoplastic resin, polyetherimide,

polyetheretherketone, etc., which have excellent combustion characteristics, can be mentioned in consideration of the fact that the panel of the present invention is used as an interior material for aircraft.

[0013] 117 In addition, these resins may be used alone or in combination of two or more in order to improve the properties thereof, and may be added with other modifiers, flame retardants, modifiers and the like. good.

04-08-2020 3

[0014] 123 Apart from this, in order to improve the properties of the sandwich panel, for example to improve the abrasion resistance, various films are optionally applied to the surface of the panel, for example polyvinyl fluoride, polyetherimide, nylon. In addition, various woven fabrics such as glass fiber woven fabric, carbon fiber woven fabric, aramid fiber woven fabric, polyether ether ketone fiber woven fabric, and metal foil such as aluminum foil and copper foil may be used together.

[0015] 132 Further, in the present invention, a honeycomb formed from an aromatic polyamide nonwoven fabric is used as the core material, and the surface material is adhered to the honeycomb to constitute a panel. For example, a aramid fiber non-woven fabric such as Nomex manufactured by DuPont is made into a paper shape, which is processed into a honeycomb shape, and then impregnated with a phenol resin to form a core material (for example, Showa Aircraft Industry Co., Ltd. Nomex honeycomb). Is what you use.

[0016] 141 In this case, the reason why the metal honeycomb or the paper honeycomb is not used in the present invention is that, when the metal honeycomb is used as an interior material of an aircraft, the metal honeycomb is corroded during many years of use. This is because when used, there is a problem in flame retardancy.

[0017] 148 Further, the honeycomb structure which is the core material of the present invention, generally refers to a honeycomb-shaped plate-like product in which a flat cross-section is a combination of hexagonal tubes, but in the present invention, the cross section is another triangle that is not hexagonal, It may have a polygonal shape such as a quadrangle, a pentagon, a heptagon, and an octagon, or may have a circular shape or an indefinite shape, and its shape is not particularly limited, but the diameter of the cylinder is preferably 2 to 10 mm, and the thickness of the cylinder side surface is 0.01. The height of the cylinder is 5 to 50 mm.

[0018] 159 There is no particular limitation on the method for adhering the surface material and the core material, and there is no problem even if they are adhered using an adhesive or a resin contained in the UD prepreg. Also, any molding method such as a heat and pressure molding method, an autoclave molding method, or a vacuum bag molding method may be used.

04-08-2020 4

[0019] 166 The present invention will be described in more detail with reference to the following examples. 168 Each value of the examples shown below was measured according to the following methods.

[0020] 172 (1) Impact strength As shown in FIG. 1, a drop body c having a weight of 2 lbs is mounted on a indenter b having a weight of 908 g and having a curvature of 14φ in contact with a 100 mm square sandwich panel test piece a. It was changed and dropped, and the impact energy at that time was expressed by (2 pounds×height of falling body). 176 For the impact strength, the surface of the sandwich panel was observed after dropping, and the maximum impact energy at which the fibers of the UD prepreg were not broken was visually determined.

[0021] 182 (2) Bending strength A sandwich panel test piece a having a width of 50 mm and a length of 610 mm was supported at four points with an upper span of 254 mm and a lower span of 508 mm as shown in FIG. 2, and a crosshead speed of 25.4 mm/min. 186 The amount of displacement was measured by a caliper measurement at the center of the test piece.

[0022] 191 (Example 1) Hi-CARBORON (carbon fiber manufactured by Asahi Kasei; tensile strength 400 kgf/mm², tensile elongation at break 1.5%) and magnamite (IM-6G, manufactured by Sumitomo Chemical Co., Ltd., tensile strength 510 kgf/mm², tensile rupture) Phenolic resin (PR-220 manufactured by Nippon Steel Chemical Co., Ltd.) is impregnated with two kinds of carbon fibers each having an elongation of 1.78% to obtain one of two kinds of carbon fiber basis weight of 75 g/m² and resin content of 37 wt%. Directional prepreg was manufactured. 197 In the following description, a prepreg using Hi-CARBORON is referred to as a prepreg (a), and a prepreg using magnamite is referred to as a prepreg (b) for convenience. 199 Using these two types of prepgs, in order from the core material side, prepreg (a)/prepreg (a)/prepreg (a)/prepreg (b) in the order of 0°/90°/90°/0° After layering, layers of glass fiber woven fabric (KS-5370: plain weave manufactured by Kanebo Co., Ltd.) on both sides of this prepreg were used as the surface material, and were autoclaved at 140°C for 1 hour at 170°C. Molding was carried out for 1 hour under a surface pressure of 3 kgf/cm² +vacuum pressure. 205 The obtained surface material and Nomex Honeycomb (SAH-1/8-4.0 Showa Aircraft Industry

04-08-2020 5

Co., Ltd.) were combined and press-molded for 2 hours at 140° C. and 7 kgf/cm², Sandwich panels were molded.

208 Test pieces for impact properties and bending strength were cut out from the obtained sandwich panels and evaluated.

[0023] 213 (Comparative Example 1) A sandwich panel was prepared and evaluated under exactly the same conditions as in Example 1 except that the prepreg (b) used in Example 1 was changed to prepreg (a).

[0024] 219 (Example 2) Example 1 except that the structure of the surface material used in Example 1 was changed to prepreg (a)/prepreg (a)/prepreg (b)/prepreg (b) in order from the

core material. Sandwich panels were prepared under the same conditions as above and evaluated.

[0025] 225 (Example 3) Example 1 except that the structure of the surface material used in Example 1 was changed to prepreg (a)/prepreg (b)/prepreg (b)/prepreg (b) in order from the core material. Sandwich panels were prepared under the same conditions as above and evaluated.

[0026] 231 (Example 4) Example 1 was repeated except that the constitution of the surface material used in Example 1 was changed to prepreg (b)/prepreg (b)/prepreg (b)/prepreg (b) in order from the core material. Sandwich panels were prepared under the same conditions as above and evaluated.

[0027] 238 (Comparative Example 2) A sandwich panel was prepared in the same manner as in Comparative Example 1 except that the glass fiber woven fabric (KS-5370: plain weave manufactured by Kanebo Co., Ltd.) used in Comparative Example 1 was superposed on each side of the prepreg in two layers. , Evaluated.

[0029] 245 According to the present invention, it is possible to provide a lightweight and highly shockresistant sandwich panel especially for aircraft flooring, and the practical effect is extremely remarkable. ..

04-08-2020 6

CLAIMS JPH05208465A

1. 13 In a panel composed of a core material and a surface material, a carbon fiber reinforced plastic comprising a pair of unidirectional carbon fiber prepgs in which fibers obliquely intersect the surface material is used, and at least 25% of the amount of the carbon fiber used. The above is a carbon fiber having a tensile strength of 400 kgf/mm² or more and an elongation at tensile rupture of 1.7% or more. Further, a honeycomb formed from an aromatic polyamide nonwoven fabric is used as a core material. Sandwich panel.

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2006-2869

(P2006-2869A)

(43) 公開日 平成18年1月5日(2006. 1.5)

(51) Int.C1.	F 1	テーマコード (参考)
F 16 F 15/02 (2006.01)	F 16 F 15/02	Q 3 J O 4 8
B 32 B 3/12 (2006.01)	B 32 B 3/12	Z 4 F O 7 2
B 32 B 5/28 (2006.01)	B 32 B 5/28	A 4 F 1 O O
B 64 C 1/00 (2006.01)	B 64 C 1/00	B 4 L O 3 3
B 64 D 29/06 (2006.01)	B 64 D 29/06	5 D O 6 1
審査請求 未請求 請求項の数 10 O L (全 8 頁) 最終頁に続く		
(21) 出願番号 (22) 出願日	特願2004-180587 (P2004-180587) 平成16年6月18日 (2004. 6. 18)	(71) 出願人 000003090 東邦テナックス株式会社 東京都文京区本郷二丁目38番16号 (74) 代理人 100077263 弁理士 前田 純博 (72) 発明者 須山 洋一 東京都文京区本郷2丁目38番16号 東邦テナックス株式 会社内 F ターム (参考) 3J048 BD04 BD05 EA07

(54) 【発明の名称】 サンドイッチパネル

(57) 【要約】

【課題】本発明は、軽量で機械的特性に優れ、しかも優れた吸音効果等を有する、コア材と纖維強化複合材料を用いた、サンドイッチパネルを提供することを目的とする。

【解決手段】コア材とその両面に積層して接着された纖維強化複合板状部材とからなるサンドイッチパネルにおいて、この纖維強化複合板状部材の少なくとも一つが、強化纖維材料と有機系振動減衰剤を配合したマトリックス樹脂とからなる、制振性複合板状部材であることを特徴とするサンドイッチパネルによって達成することができる。特に、騒音が問題となる航空機等の輸送機械の分野で使用される、ハニカム吸音パネルが提供される。

【特許請求の範囲】**【請求項1】**

コア材とその両面に積層して接着された纖維強化複合板状部材とからなるサンドイッチパネルにおいて、該纖維強化複合板状部材の少なくとも一つが、強化纖維材料と有機系振動減衰剤を配合したマトリックス樹脂とからなる、制振性複合板状部材であることを特徴とするサンドイッチパネル。

【請求項2】

コア材が、ハニカム構造体である請求項1記載のサンドイッチパネル。

【請求項3】

マトリックス樹脂が、エポキシ樹脂、フェノール樹脂、ビニルエステル樹脂、エポキシアクリレート樹脂、ウレタンアクリレート樹脂、フェノキシ樹脂、アルキド樹脂、ウレタン樹脂から選ばれる熱硬化性樹脂の1種又は2種以上の混合物である、請求項1又は2記載のサンドイッチパネル。

【請求項4】

マトリックス樹脂が、ポリエーテルエーテルケトン(PEEK)樹脂、ポリエーテルイミド(PEI)樹脂、ポリアクリレート樹脂、ポリスルフォン樹脂、ナイロン樹脂、ポリエステル樹脂、ABS樹脂、アクリル樹脂、ポリエチレン樹脂、ポリスチレン樹脂、ポリプロピレン樹脂、ポリ塩化ビニール樹脂、ポリカーボネート樹脂、ポリエーテルスルホン樹脂、ポリアミドイミド樹脂、ポリエーテルイミド樹脂、熱可塑ポリイミド樹脂から選ばれる熱可塑性樹脂の1種又は2種以上の混合物である、請求項1又は2記載のサンドイッチパネル。

【請求項5】

纖維強化複合板状部材中の、有機系振動減衰剤を配合したマトリックス樹脂の含有率が10～70重量%である、請求項1～4記載のサンドイッチパネル。

【請求項6】

有機系振動減衰剤が、ベンゾチアジル基を有する化合物、ベンゾトリアゾール基を有する化合物、ジフェニルアクリレート基を有する化合物、及びベンゾフェノン基を有する化合物の中から選ばれた1種又は2種以上の混合物である、請求項1～5記載のサンドイッチパネル。

【請求項7】

有機系振動減衰剤の配合率が、マトリックス樹脂に対して1～100重量%である、請求項1～6記載のサンドイッチパネル。

【請求項8】

ハニカム構造体と該構造体の両面に積層して接着された纖維強化複合板状部材とからなるハニカムサンドイッチパネルからなり、該纖維強化複合板状部材の少なくとも一つが、強化纖維材料と有機系振動減衰剤を配合したマトリックス樹脂とからなる制振性複合板状部材であり、該纖維強化複合板状部材の少なくとも一つには、ハニカムのセルにそれぞれ貫通する多数の細孔が設けられていることを特徴とするハニカム吸音パネル。

【請求項9】

ハニカムのセルに貫通する細孔が、セル全体の少なくとも30%のセルに設けられている請求項8記載のハニカム吸音パネル。

【請求項10】

用途が、航空機エンジンナセル用である請求項8又は9記載のハニカム吸音パネル。

【発明の詳細な説明】**【技術分野】****【0001】**

本発明は、コア材とその両面に積層して接着された纖維強化複合板状部材とからなる、サンドイッチパネルに関する。

【背景技術】**【0002】**

近年、炭素繊維、ガラス繊維、アラミド繊維等の強化繊維材料は、各種のマトリックス樹脂と複合化され、得られる繊維強化複合材料は種々の分野・用途に広く利用されるようになってきた。例えば、高度の機械的特性や耐熱性等を要求される航空・宇宙分野や、一般産業分野では、従来、不飽和ポリエステル樹脂、エポキシ樹脂、ポリイミド樹脂等のマトリックス樹脂と強化繊維材料とからなる複合材料が使用されてきた。また、これらの樹脂に特殊な振動減衰剤を配合して、制振性の複合材料を得ることも検討されている。

【特許文献1】特開2003-176416号公報

【0003】

一方、例えば、鉄道、船舶、航空機などの輸送機械の分野での構造材としては、機械的強度の他に軽量化の必要性から、最近、ハニカム構造体等のコア材と繊維強化複合材料を使ったサンドイッチパネルが用いられるようになってきた。特に、航空機のエンジンの大きな騒音を防止するために、エンジンをカバーするエンジンナセルと称する部分に、吸音パネルとして、吸音性能を有するハニカムサンドイッチ構造体が用いられており、このハニカムサンドイッチ構造体の片方の平板（板状部材）には、多数の孔を有する多孔板が使用され、ホルムヘルツ型共鳴器の原理で吸音効果を発揮させている。そして、ここでも、従来のアルミニウム合金製のものに代えて、繊維強化複合材料を使ったサンドイッチパネル、特にハニカムサンドイッチパネルの採用が検討されている。

【特許文献2】特開平8-135505号公報

【特許文献3】特開2002-321238号公報

【特許文献4】特開2002-337094号公報

【0004】

しかしながら、輸送機械の分野では、繊維強化複合材料に優れた機械的特性が必要なことは当然として、更に、軽量化への要請も非常に強いものがあり、従来の繊維強化複合材料を使ったサンドイッチパネルでは、必ずしも十分に騒音防止等の目的を達成することができず、より吸音効果等の優れた複合材料の開発が望まれていた。

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

本発明は、軽量で機械的特性に優れ、しかも優れた吸音効果等を有する、コア材と繊維強化複合材料を用いた、サンドイッチパネルを提供することを目的とする。特に、騒音が問題となる航空機等の輸送機械の分野で使用される、ハニカム吸音パネルを提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0006】

本発明の目的の一つは、コア材とその両面に積層して接着された繊維強化複合板状部材とからなるサンドイッチパネルにおいて、該繊維強化複合板状部材の少なくとも一つが、強化繊維材料と有機系振動減衰剤を配合したマトリックス樹脂とからなる、制振性複合板状部材であることを特徴とするサンドイッチパネルによって達成することができる。

【0007】

本発明の他の目的は、ハニカム構造体と該構造体の両面に積層して接着された繊維強化複合板状部材とからなるハニカムサンドイッチパネルからなり、該繊維強化複合板状部材の少なくとも一つが、強化繊維材料と有機系振動減衰剤を配合したマトリックス樹脂とからなる制振性複合板状部材であり、該繊維強化複合板状部材の少なくとも一つには、ハニカムのセルにそれぞれ貫通する多数の細孔が設けられていることを特徴とする、特に航空機エンジンナセル用に好ましく用いられる、ハニカム吸音パネルによって達成される。

【発明の効果】

【0008】

本発明で得られる、軽量で機械的特性に優れ、しかも優れた吸音効果を有する繊維強化複合材料を用いたサンドイッチパネル、あるいはハニカム吸音パネルは、一般産業分野や輸送機械の分野での吸音材等として利用することができる。そして、特に、航空機の、エン

ジンナセル用の吸音パネルとして利用することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0009】

本発明のサンドイッチパネルは、コア材とその両面に積層して接着された纖維強化複合板状部材とからなるサンドイッチパネルにおいて、該纖維強化複合板状部材の少なくとも一つが、強化纖維材料と有機系振動減衰剤を配合したマトリックス樹脂とからなる、制振性複合板状部材であることを特徴とするものである。

【0010】

本発明において用いられるコア材としては、発泡コア材、ハニカム構造体、バルサ材等が挙げられる。コア材の厚さは、サンドイッチパネルの用途等により適宜選択するものであるが、5～200mm程度が好ましい。発泡コアの材質としては、ウレタンフォーム、塩化ビニルフォーム、ポリメタアクリルイミドフォーム、アクリルフォーム、フェノールフォーム、ポリスチレンフォーム等が例示できる。

【0011】

本発明において、ハニカム構造体は特に好ましく用いられるが、ハニカム構造体としては、六角形の小部屋（セル）の集合体となっているものが一般的であるが、本発明のハニカム構造体においては、ハニカムの形は、六角、OX、フレックス、バイセクト、フェザー等どのようなものでも構わない。また、その材料も特に制限はなく、最終用途に応じて、紙、アルミニウム等の金属、アラミドペーパー、纖維強化複合材料等を用いることができる。ハニカム構造材として、強化纖維材料と、有機系振動減衰剤を配合したマトリックス樹脂とからなる制振性複合材を用いても良い。

【0012】

本発明において、コア材の両面には、纖維強化複合材の板状の部材が、積層して接着されてサンドイッチパネルを構成する。この複合材に用いられる強化纖維材料としては、無機纖維、有機纖維、金属纖維又はそれらの混合からなる纖維材料がある。具体的には、無機纖維としては、炭素纖維、黒鉛纖維、ガラス纖維を挙げることが出来る。有機纖維としては、アラミド纖維、高密度ポリエチレン纖維、ポリアミド纖維、ポリエステル纖維が挙げられる。好ましいのは、炭素纖維とアラミド纖維である。本発明において、サンドイッチパネルを構成する纖維強化複合板状部材が、シート状のもの（ストランドを一方向に引き揃えたもの、織物・編物、不織布等）を複数枚積層一体化して形成される場合には、複数のシート状物の一部が、制振性複合板状部材であっても良い。

【0013】

本発明において使用されるマトリックス樹脂は特に限定されず、熱可塑性樹脂、熱硬化性樹脂のいずれでも良く、またこれらの樹脂に通常の硬化剤、酸化防止剤、充填剤、難燃剤、着色剤、帯電防止剤等を配合したものであっても良い。マトリックス樹脂の硬化は、加熱による方法、電子線等の放射線による方法等、公知の方法を採用することができる。熱硬化性樹脂としては、エポキシ樹脂、フェノール樹脂、ビニルエステル樹脂、エポキシアクリレート樹脂、ウレタンアクリレート樹脂、フェノキシ樹脂、アルキド樹脂、ウレタン樹脂から選ばれる1種又は2種以上の混合物が好ましい。また、熱可塑性樹脂としては、ポリエーテルエーテルケトン（PEEK）樹脂、ポリエーテルイミド（PEI）樹脂、ポリアクリレート樹脂、ポリスルファン樹脂、ナイロン樹脂、ポリエステル樹脂、ABS樹脂、アクリル樹脂、ポリエチレン樹脂、ポリスチレン樹脂、ポリプロピレン樹脂、ポリ塩化ビニル樹脂、ポリカーボネート樹脂、ポリエーテルスルホン樹脂、ポリアミドイミド樹脂、ポリエーテルイミド樹脂、熱可塑ポリイミド樹脂から選ばれる1種又は2種以上の混合物が好ましい。

【0014】

本発明において、複合部材に制振性と防音性を付与するためにマトリックス樹脂に配合される有機系振動減衰剤は、ベンゾチアジル基を有する化合物、ベンゾトリアゾール基を有する化合物、ジフェニルアクリレート基を有する化合物、及びベンゾフェノン基を有する化合物の中から選ばれた1種又は2種以上の混合物である。ベンゾチアジル基を有する化

合物としては、例えば、N, N-ジシクロヘキシルベンゾチアジル-2-スルフェンアミド (DCHBSA)、2-メルカプトベンゾチアゾール (MBT)、ジベンゾチアジルスルフィド (MBTS)、N-シクロヘキシルベンゾチアジル-2-スルフェンアミド (CBS)、N-tert-ブチルベンゾチアジル-2-スルフェンアミド、N-オキシジエチレンベンゾチアジル-2-スルフェンアミド、N, N-ジイソプロピルベンゾチアジル-2-スルフェンアミドがある。ベンゾトリアゾール基を有する化合物としては、例えば、2-{2'-(ハイドロキシ-3', 4', 5', 6')-テトラハイドロフタリミデメチル}-5'-メチルフェニル)-ベンゾトリアゾール (2HPMMB)、2-{2'-(ハイドロキシ-5')-メチルフェニル)-ベンゾトリアゾール (2HMPB)、2-{2'-(ハイドロキシ-3')-t-ブチル-5'-メチルフェニル)-5-クロロベンゾトリアゾール (2HBMPCB)、2-{2'-(ハイドロキシ-3', 5')-ジ-t-ブチルフェニル-5-クロロベンゾトリアゾール (2HDPCB) がある。ジフェニルアクリレート基を有する化合物としては、例えば、エチル-2-シアノ-3, 3-ジーフェニルアクリレートがある。ベンゾフェノン基を有する化合物としては、例えば、2-ハイドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン (HMBP)、2-ハイドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン-5-スルフォニックアシド (HMBPS) がある。これらは単独あるいは2種以上混合して用いることができる。

【0015】

本発明においては、前記のような有機系振動減衰剤の制振効果や吸音効果をより高めるために、例えば、マイカ鱗片、ガラス片、炭酸カルシウム、硫酸バリウムなどの無機充填材を併用しても良い。その量は、有機系振動減衰剤の量と同量あるいはそれ以下が適当である。

【0016】

マトリックス樹脂に配合される有機系振動減衰剤の量は、有機系振動減衰剤の配合率が、マトリックス樹脂に対して1～100重量%となる範囲が適当であり、好ましくは5～50重量%の範囲である。1重量%未満の場合には、制振・吸音効果が十分でなく、100重量%を超えると、複合部材の機械的特性に悪影響を与える場合があるので、好ましくない。また、前記のような量の有機系振動減衰剤を配合したマトリックス樹脂の、纖維強化複合板状部材中の含有率は、10～70重量%の範囲にあるのが適当で、好ましくは20～50重量%である。

【0017】

本発明において、コア材としてハニカム構造体を用いる場合、纖維強化複合板状部材の少なくとも一つに、ハニカムのセルにそれぞれ貫通する多数の細孔を設けると、ホルムヘルツ型共鳴器の原理により、サンドイッチパネルの吸音効果がより向上する。細孔は通常セルに対して一個設けられるが、必ずしも全てのセルに設ける必要はなく、目的に応じて、細孔を設けないセルあるいはセル群があっても良い。ハニカムのセルに貫通する細孔が、セル全体の少なくとも30%、好ましくは50%以上のセルに設けられているのが適当である。そして、この様に、ハニカム構造体と該構造体の両面に積層して接着された纖維強化複合板状部材とからなるハニカムサンドイッチパネルからなり、該纖維強化複合板状部材の少なくとも一つが、強化纖維材料と有機系振動減衰剤を配合したマトリックス樹脂とからなる制振性複合板状部材であり、該纖維強化複合板状部材の少なくとも一つには、ハニカムのセルにそれぞれ貫通する多数の細孔が設けられているサンドイッチパネルは、吸音パネルとして優れた性質を有しており、特に騒音が問題になる、航空機エンジンナセル用のハニカム吸音パネルとして好ましく利用される。

【0018】

ハニカム吸音パネルを製造する場合、纖維強化複合板状部材に細孔を穿つ方法・手段は、公知の方法・手段を採用することができる。例えば、パンチング加工やドリル加工により孔明けする方法、あるいは、特開2002-321238号公報に開示されている、パンチングとその後の離型フィルムとバッグフィルムを用いた真空成形を組合わせた方法、また、特開2002-337094号公報に開示されている、未硬化纖維強化樹脂プリプレ

グ面板に、適当な刃具を用いて樹脂を半硬化させながら孔明けする方法がある。また、ハニカム構造体と繊維強化複合板状部材とからハニカムサンドイッチパネルを製造する方法・手段も、特に限定されるものではなく、例えば、公知の接着剤を用いる方法、接着とマトリックス樹脂の硬化を同時に進行する方法を探ることができる。

以下、具体的な実施例により本発明を説明する。

【実施例】

【0019】

炭素繊維UT500-12K（東邦テナックス社製）を使用した平織物（目付380g/m²、織密度（経緯糸共に）5.9本/25mm）を幅1m、長さ1mにカットした。断面が正方形の溝（幅2.0mm、深さ2.0mm、ピッチ40mm）を両面に彫ったアクリル発泡コア（幅1m、長さ1m、厚さ5mm）を用意し、離型処理を施したアルミ板上に織物の1plyをコアの溝と織物の経糸が平行になるように、織物/コア/織物の順に配置した。次いで、このアルミ板にシーラントテープと樹脂注入用及び排出用のホースを配置し、積層した材料全体をバギングフィルム（エアテック社製）で覆い密封した。樹脂注入用ホースの口を閉じた後、樹脂排出用ホースから真空ポンプでバギングフィルム内を真空にした。その後、ビニルエステル樹脂であるリポキシR-806（昭和高分子社製）を100重量部、硬化剤であるパーメックN（日本油脂社製）を1質量部、6%ナフテン酸コバルト（関東化学社製）を0.5重量部、有機系振動減衰剤としてDCHBSAを5重量部を添加配合し、マトリックス樹脂の配合液を作成した。この配合液を25℃雰囲気下で、樹脂注入用ホースからバギングフィルム内に注入し、硬化させてサンドイッチパネルを得た。バギングフィルム内に注入した配合液は、コアの溝を通って織物全体に速やかに行き渡った。得られたパネルはストランドのコア溝への落ち込みや樹脂の硬化収縮による凹凸がなく、表面平滑性が高いものであった。

【実施例】

【0020】

ビスフェノールA型エポキシ樹脂（低分子量タイプ、ジャパンエポキシレンジン社製エピコート834）70重量部と、ビスフェノールA型エポキシ樹脂（高分子量タイプ、ジャパンエポキシレンジン社製AER6002）30重量部の混合物に、有機系振動減衰剤としてDCHBSAを混合物に対して5重量%、硬化剤としてポリアミドアミンを混合物に対して7.5重量%添加配合し、マトリックス樹脂を作成した。これを炭素繊維のシート（東邦テナックス社製IM600-24K、単糸デニール830tex、2400本を引き揃えたもの）（目付150g/m²）に、含浸温度100℃で、溶融含浸法により樹脂含量が35重量%となるように含浸させ、プリプレグを得た。

【0021】

アラミドペーパー製の六角ハニカム構造体をコア材として、この両面に前記で得られたプリプレグ（1m×1m）をそれぞれ2シートずつ積層した。この積層体を、フッ素樹脂フィルムを敷いたアルミニウム板上に乗せ、積層体はナイロンフィルムで真空パックし、180℃で2時間オートクレーブ成形を行って、ハニカムサンドイッチパネルを得た。プリプレグとハニカムコアとの接着は、プリプレグを硬化させつつ直接ハニカムコアに接着させた。

【0022】

次に、前記で得られたハニカムサンドイッチパネルの片方のパネル面に、通常のドリル加工によって、ハニカムの各セルに対応して一つづつ、孔径約2mmの孔を開け、ハニカム吸音パネルを製造した。

【0023】

〔比較例1〕

有機系振動減衰剤を配合しないで、その他は実施例2と全く同様にしてハニカム吸音パネルを作成した。

【0024】

実施例2と比較例1で得られたハニカム吸音パネルを用いて、吸音効果を比較した。それ

ぞれの吸音率を、JIS A 1409に定められている「残響室法吸音率の測定法」に従って測定したところ、殆どの周波数帯域で、実施例2で得られたハニカム吸音パネルの吸音率が、比較例1のものに比べて有意に高くなっていた。

【産業上の利用可能性】

【0025】

本発明で得られるサンドイッチパネルは、軽量で機械的特性に優れ、しかも優れた吸音効果と制振効果を有するので、一般産業分野や輸送機械の分野での吸音材等として利用することができる。そして、特に、航空機の、エンジンナセル用の吸音パネルとして利用することができる。

(51)Int.C1.	F I	テーマコード(参考)
B 6 4 D 33/00 (2006.01)	B 6 4 D 33/00	B
C 0 8 J 5/24 (2006.01)	C 0 8 J 5/24	
D 0 6 M 13/127 (2006.01)	D 0 6 M 13/127	
D 0 6 M 13/203 (2006.01)	D 0 6 M 13/203	
D 0 6 M 13/352 (2006.01)	D 0 6 M 13/352	
D 0 6 M 15/55 (2006.01)	D 0 6 M 15/55	
D 0 6 M 15/555 (2006.01)	D 0 6 M 15/507	A
G 1 0 K 11/162 (2006.01)	G 1 0 K 11/16	A
G 1 0 K 11/16 (2006.01)	G 1 0 K 11/16	D
C 0 8 L 101/00 (2006.01)	C 0 8 L 101:00	

F ターム(参考) 4F072 AA01 AA07 AA08 AB04 AB05 AB06 AB08 AB09 AB10 AB22
 AB28 AB29 AB30 AD04 AD05 AD06 AD08 AD09 AD13 AD23
 AD37 AD38 AD41 AD42 AD43 AD44 AD45 AD46 AD52 AG03
 AG16 AH12 AH36 AJ04 AJ22 AK05 AL02 AL09 AL16
 4F100 AB10 AD11 AH02A AH02C AH03A AH03C AH04A AH04C AK01A AK01C
 AK07A AK07C AK15A AK15C AK25A AK25C AK33A AK33C AK41A AK41C
 AK44A AK44C AK45A AK45C AK48A AK48C AK49A AK49C AK50A AK50C
 AK51A AK51C AK53A AK53C AK54A AK54C AK55A AK55C AK56A AK56C
 AL01A AL01C CA30A CA30C DC01B DG00A DG00C DG12 DH00A DH00C
 DJ00A DJ01 GB31 GB51 JB13A JB13C JB16A JB16C JH01 JH02A
 JH02C JK01 JL03 YY00A YY00C
 4L033 AA09 AB05 AB07 AC15 BA09 BA19 BA56 CA45 CA49
 5D061 AA02 AA06 AA11 AA16 AA22 BB13

RESUMO JP2006002869A 11 PROBLEMA A SER RESOLVIDO: Fornecer um painel sanduíche usando um material central e um material compósito reforçado com fibra, mais leve e superior em propriedades mecânicas e efeitos de absorção de som. **SOLUÇÃO:** O painel sanduíche é formado pelo material do núcleo e pelos membros da placa composta reforçados com fibra, laminados eaderidos a ambos os lados. Pelo menos um dos membros da placa compósita reforçada com fibra é um membro da placa compósita de amortecimento de vibrações formado por uma resina de matriz que incorpora um material de fibra de reforço e um agente de amortecimento de vibração orgânico. Particularmente, é fornecido um painel de absorção de som em favo de mel que é usado em um campo para uma máquina de transporte, como uma aeronave que envolve problemas de ruído. ; **COPYRIGHT:** (C) 2006, JPO e NCIPI

CLAIMS JP2006002869A

1. 13 In a sandwich panel comprising a core material and a fiber-reinforced composite plate-like member laminated on both sides thereof and bonded, at least one of the fiber-reinforced composite plate-like members is a matrix in which a reinforcing fiber material and an organic vibration damping agent are mixed. A sandwich panel which is a vibration-damping composite plate-shaped member made of a resin.
2. 21 The sandwich panel according to claim 1, wherein the core material is a honeycomb structure.
3. 25 The matrix resin is one or a mixture of two or more thermosetting resins selected from epoxy resins, phenol resins, vinyl ester resins, epoxy acrylate resins, urethane acrylate resins, phenoxy resins, alkyd resins and urethane resins. Item 3. The sandwich panel according to Item 1 or 2.
4. 32 The matrix resin is polyetheretherketone (PEEK) resin, polyetherimide (PEI) resin, polyacrylate resin, polysulfone resin, nylon resin, polyester resin, ABS resin, acrylic resin, polyethylene resin, polystyrene resin, polypropylene resin, The thermoplastic resin selected from a polyvinyl chloride resin, a polycarbonate resin, a polyethersulfone resin, a polyamideimide resin, a polyetherimide resin, and a thermoplastic polyimide resin, or a mixture of two or more thermoplastic resins. Sandwich panel.

04-08-2020 1

5. 41 The sandwich panel according to any one of claims 1 to 4, wherein the content of the matrix resin mixed with the organic vibration damping agent in the fiber-reinforced composite plateshaped member is 10 to 70% by weight.
6. 47 The organic vibration damping agent is a compound having a benzothiazyl group, a compound having a benzotriazole group, a compound having a diphenylacrylate group, and a compound having a benzophenone group, or a mixture of two or more thereof, The sandwich panel according to claim 1.
7. 54 The sandwich panel according to claim 1, wherein the compounding ratio of the organic vibration damping agent is 1 to 100% by weight based on the matrix resin.

8. 59 A honeycomb sandwich panel comprising a honeycomb structure and a fiber-reinforced composite plate-shaped member laminated and adhered on both sides of the structure, wherein at least one of the fiber-reinforced composite plate-shaped members comprises a reinforcing fiber material and an organic vibration damping agent. A vibration-damping composite plate-shaped member comprising a matrix resin containing a damping agent, wherein at least one of the fiber-reinforced composite plate-shaped members is provided with a large number of pores penetrating the cells of the honeycomb. Honeycomb sound absorbing panel characterized in that.

9. 70 The honeycomb sound absorbing panel according to claim 8, wherein pores penetrating the cells of the honeycomb are provided in at least 30% of the cells.

10. 75 The honeycomb sound absorbing panel according to claim 8 or 9, which is used for aircraft engine nacelles.

04-08-2020 2

DESCRIPTION JP2006002869A 10 PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a sandwich panel using a core material and a fiber reinforced composite material, which is lightweight, has excellent mechanical properties, and has an excellent sound absorbing effect and the like. SOLUTION: In a sandwich panel comprising a core material and a fiber-reinforced composite plate-shaped member laminated on both sides thereof and bonded, at least one of the fiber-reinforced composite plate-shaped members comprises a reinforcing fiber material and an organic vibration damping agent. It can be achieved by a sandwich panel which is a vibration-damping composite plate-shaped member composed of a matrix resin containing In particular, a honeycomb sound absorbing panel used in the field of transportation machines such as aircraft where noise is a problem is provided. 20 サンドイッチパネル

[0001] 24 The present invention relates to a sandwich panel including a core material and a fiberreinforced composite plate-shaped member laminated on both sides of the core material and bonded.

[0002] 30 In recent years, reinforcing fiber materials such as carbon fibers, glass fibers, and aramid fibers have been compounded with various matrix resins, and the resulting fiber-reinforced composite materials have come to be widely used in various fields and applications. 33 For example, in the aerospace field where high mechanical properties and heat resistance are required, and in the general industrial field, conventionally, a composite composed of a matrix resin such as unsaturated polyester resin, epoxy resin, polyimide resin and a reinforced fiber material is used. The material has been used. Further, it is also considered to add a special vibration damping agent to these resins to obtain a vibration damping composite material. JP,

04-08-2020 1

2003-176416, A

[0003] 42 On the other hand, for example, as a structural material in the field of transportation machinery such as railways, ships, and aircrafts, a core material such as a honeycomb structure

and a fiber-reinforced composite material have recently been used because of the need for weight reduction in addition to mechanical strength. The used sandwich panels have come into use. In particular, in order to prevent a large noise of an aircraft engine, a honeycomb sandwich structure having sound absorbing performance is used as a sound absorbing panel in a portion called an engine nacelle that covers the engine, and one of the honeycomb sandwich structures is used. As the flat plate (plate-shaped member), a perforated plate having a large number of holes is used, and the sound absorption effect is exhibited by the principle of the Holmherz resonator. Also here, the use of a sandwich panel using a fiber reinforced composite material, particularly a honeycomb sandwich panel, is being considered in place of the conventional aluminum alloy. JP-A-8-135505 JP, JP-A-2002-321238, JP-A2002-337094

[0004] 58 However, in the field of transportation machinery, it is natural that fiber-reinforced composite materials need to have excellent mechanical properties, and there is also a strong demand for weight reduction. Therefore, conventional fiber-reinforced composite materials were used. With sandwich panels, it is not always possible to achieve the objectives such as noise prevention, and the development of a composite material having a better sound absorbing effect has been desired.

[0005] 67 It is an object of the present invention to provide a sandwich panel using a core material and a fiber-reinforced composite material, which is lightweight, has excellent mechanical properties, and has an excellent sound absorbing effect and the like. 70 In particular, it is an object of the present invention to provide a honeycomb sound absorbing panel used in the field of transportation machines such as aircraft where noise is a problem.

[0006] 75 One of the objects of the present invention is to provide a sandwich panel comprising a core material and a fiber-reinforced composite plate-shaped member laminated on both surfaces thereof and bonded, wherein at least one of the fiber-reinforced composite plate-shaped members is a reinforced fiber material. This can be achieved by a sandwich panel which is a vibration-damping composite plate-shaped member made of a matrix resin containing an

04-08-2020 2

organic vibration-damping agent.

[0007] 84 Another object of the present invention is a honeycomb sandwich panel comprising a honeycomb structure and a fiber-reinforced composite plate-shaped member laminated and adhered on both sides of the structure, at least one of the fiber-reinforced composite plateshaped members being , A vibration-damping composite plate-shaped member comprising a reinforcing fiber material and a matrix resin mixed with an organic vibration-damping agent, and at least one of the fiber-reinforced composite plate-shaped members has a large number of holes penetrating cells of a honeycomb. This is achieved by a honeycomb sound-absorbing panel, which is preferably used for aircraft engine nacelles, which is characterized in that the pores thereof are provided.

[0008] 96 The sandwich panel using the fiber-reinforced composite material which is obtained in the present invention and is excellent in light weight and excellent in mechanical properties,

and also has an excellent sound absorbing effect, or the honeycomb sound absorbing panel is a sound absorbing material in the field of general industrial fields or transportation machines. Can be used as 101 In particular, it can be used as a sound absorbing panel for an engine nacelle of an aircraft.

[0009] 105 The sandwich panel of the present invention is a sandwich panel comprising a core material and a fiber-reinforced composite plate-shaped member laminated on both surfaces thereof and bonded, wherein at least one of the fiber-reinforced composite plate-shaped members is a reinforcing fiber material and an organic material. The present invention is characterized by being a vibration-damping composite plate-like member composed of a matrix resin mixed with a vibration damping agent.

[0010] 114 Examples of the core material used in the present invention include a foam core material, a honeycomb structure, and a balsa material. 116 The thickness of the core material is appropriately selected depending on the application of the sandwich panel and the like, but is preferably about 5 to 200 mm. 118 Examples of the material of the foam core include urethane foam, vinyl chloride foam, polymethacrylimide foam, acrylic foam, phenol foam, polystyrene foam and the like.

04-08-2020 3

[0011] 123 In the present invention, the honeycomb structure is particularly preferably used, but the honeycomb structure is generally an aggregate of hexagonal small chambers (cells). The honeycomb may have any shape such as hexagon, OX, flex, bisect, and feather. The material is also not particularly limited, and paper, metal such as aluminum, aramid paper, fiber reinforced composite material and the like can be used depending on the end use. As the honeycomb structure material, a vibration damping composite material composed of a reinforcing fiber material and a matrix resin mixed with an organic vibration damping agent may be used.

[0012] 134 In the present invention, plate-shaped members of a fiber-reinforced composite material are laminated and adhered to both surfaces of the core material to form a sandwich panel. As the reinforcing fiber material used for this composite material, there is a fiber material composed of an inorganic fiber, an organic fiber, a metal fiber or a mixture thereof. Specifically, examples of the inorganic fiber include carbon fiber, graphite fiber, and glass fiber. Examples of organic fibers include aramid fibers, high-density polyethylene fibers, polyamide fibers, and polyester fibers. Preferred are carbon fibers and aramid fibers. In the present invention, when the fiber-reinforced composite plate-shaped member constituting the sandwich panel is formed by laminating a plurality of sheet-shaped members (strands aligned in one direction, woven/knitted fabric, nonwoven fabric, etc.) In addition, a part of the plurality of sheetshaped objects may be a vibration-damping composite plate-shaped member.

[0013] 148 The matrix resin used in the present invention is not particularly limited, and may be any of a thermoplastic resin and a thermosetting resin, and a usual curing agent for these resins, an antioxidant, a filler, a flame retardant, a colorant, It may be a mixture of antistatic agents and the like. The matrix resin can be cured by a known method such as a method using heat or a method using radiation such as an electron beam. The thermosetting resin is

preferably one or a mixture of two or more selected from epoxy resins, phenol resins, vinyl ester resins, epoxy acrylate resins, urethane acrylate resins, phenoxy resins, alkyd resins and urethane resins. Further, as the thermoplastic resin, polyether ether ketone (PEEK) resin, polyether imide (PEI) resin, polyacrylate resin, polysulfone resin, nylon resin, polyester resin, ABS resin, acrylic resin, polyethylene resin, polystyrene resin One or a mixture of two or more selected from a polypropylene resin, a polyvinyl chloride resin, a polycarbonate resin, a polyethersulfone resin, a polyamideimide resin, a polyetherimide resin and a thermoplastic polyimide resin is preferable.

[0014]

04-08-2020 4

164 In the present invention, the organic vibration-damping agent added to the matrix resin in order to impart vibration damping and soundproofing properties to the composite member includes a compound having a benzothiazyl group, a compound having a benzotriazole group, and a compound having a diphenylacrylate group. , And a mixture of two or more selected from compounds having a benzophenone group. Examples of the compound having a benzothiazyl group include N,N-dicyclohexylbenzothiazyl-2-sulfenamide (DCHBSA), 2mercaptobenzothiazole (MBT), dibenzothiazyl sulfide (MBTS), N-cyclohexylbenzothia. Dil-2sulfenamide (CBS), N-tert-butylbenzothiazyl-2-sulfenamide, N-oxydiethylenebenzothiazyl-2sulfenamide, N,N-diisopropylbenzothiazyl-2 There is sulfenamide. Examples of the compound having a benzotriazole group include 2-{2'-hydroxy-3'-(3",4",5",6"tetrahydrophthalimidemethyl)-5'- Methylphenyl}-benzotriazole (2HPMMB), 2-{2'-hydroxy5'-methylphenyl}-benzotriazole (2HMPB), 2-{2'-hydroxy-3'-t-butyl-5'-methylphenyl}-5-chlorobenzotriazole (2HBMPCB) and 2-{2'-hydroxy-3',5'-di-t-butylphenyl}-5chlorobenzotriazole (2HDBPCB). Examples of the compound having a diphenyl acrylate group include ethyl-2-cyano-3,3-di-phenyl acrylate. Examples of the compound having a benzophenone group include 2-hydroxy-4-methoxybenzophenone (HMBP) and 2-hydroxy-4methoxybenzophenone-5-sulphonic acid (HMBPS). These may be used alone or in combination of two or more.

[0015] 185 In the present invention, in order to further enhance the vibration damping effect and the sound absorbing effect of the above organic vibration damping agent, for example, mica flakes, glass flakes, calcium carbonate, even if an inorganic filler such as barium sulfate is used in combination. good. The amount thereof is appropriately the same as or less than the amount of the organic vibration damping agent.

[0016] 193 The amount of the organic vibration-damping agent blended in the matrix resin is appropriately such that the blending ratio of the organic vibration-damping agent is 1 to 100% by weight, preferably 5 to 50% by weight, based on the matrix resin. Is the range. If it is less than 1% by weight, the vibration damping and sound absorbing effects are not sufficient, and if it exceeds 100% by weight, the mechanical properties of the composite member may be adversely affected, which is not preferable. The content of the matrix resin containing the organic vibration damping agent in the above amount in the fiber-reinforced composite plate-like member is appropriately in the range of 10 to 70% by weight, preferably 20 to 70% by weight. It is 50% by weight.

[0017] 205 In the present invention, when a honeycomb structure is used as the core material, if at least

04-08-2020 5

one of the fiber-reinforced composite plate-shaped members is provided with a large number of pores penetrating the cells of the honeycomb, the principle of the form Hertz resonator causes a sandwich. The sound absorption effect of the panel is further improved. Normally, one pore is provided for each cell, but it is not always necessary to provide it for all cells, and there may be a cell or a group of cells in which no pore is provided, depending on the purpose. It is appropriate that the pores penetrating the cells of the honeycomb are provided in at least 30%, preferably 50% or more of the cells as a whole. Thus, a honeycomb sandwich panel comprising a honeycomb structure and a fiber-reinforced composite plate-shaped member laminated and adhered on both surfaces of the structure is formed, and at least one of the fiber-reinforced composite plate-shaped members is reinforced. A vibration-damping composite plate-shaped member comprising a fiber material and a matrix resin containing an organic vibration-damping agent, wherein at least one of the fiber-reinforced composite plate-shaped members has a large number of thin cells that penetrate the cells of the honeycomb. The sandwich panel provided with holes has excellent properties as a sound absorbing panel, and is particularly preferably used as a honeycomb sound absorbing panel for aircraft engine nacelle, which causes a problem of noise.

[0018] 225 In the case of manufacturing a honeycomb sound-absorbing panel, known methods and means can be adopted as methods and means for forming pores in the fiber-reinforced composite plate-shaped member. For example, a method of punching by bunching or drilling, or a method of combining punching and subsequent vacuum forming using a release film and a bag film, as disclosed in JP-A-2002-321238, Japanese Unexamined Patent Publication No. 2002-337094 discloses a method of making holes in an uncured fiber-reinforced resin prepreg face plate while semi-curing the resin with an appropriate cutting tool. Further, the method and means for manufacturing the honeycomb sandwich panel from the honeycomb structure and the fiber-reinforced composite plate-shaped member is not particularly limited, for example, a method using a known adhesive, adhesion and curing of the matrix resin. It is possible to adopt a method of performing them at the same time. The present invention will be described below with reference to specific examples.

[0019] 240 A plain woven fabric (weight per unit area: 380 g/m², woven density (both warp and weft): 5.9 yarns/25 mm) using carbon fiber UT500-12K (manufactured by Toho Tenax Co., Ltd.) was cut into a width of 1 m and a length of 1 m. An acrylic foam core (width 1 m, length 1 m, thickness 5 mm) in which grooves with a square cross section (width 2.0 mm, depth 2.0 mm, pitch 40 mm) were engraved on both sides was prepared and released. On the aluminum plate, 1 ply of the fabric was arranged in the order of fabric/core/fabric so that the groove of the core and the warp of the fabric were parallel. Then, a sealant tape and a resin injecting and discharging hose were arranged on this aluminum plate, and the whole laminated

04-08-2020 6

material was covered with a bagging film (manufactured by Airtech Co., Ltd.) and hermetically sealed. After closing the mouth of the resin injection hose, the inside of the bagging film was evacuated from the resin discharge hose with a vacuum pump. Then, 100 parts by weight of a vinyl ester resin, Lipoxy R-806 (manufactured by Showa High Polymer Co., Ltd.), 1 part by mass of a curing agent, Perme N (manufactured by NOF CORPORATION), 6% cobalt naphthenate (manufactured by Kanto Chemical Co., Inc.) And 0.5 parts by weight of DCHBSA as an organic vibration damping agent were added and blended to prepare a blending liquid of a matrix resin. This compounded liquid was injected into the bagging film from a resin injection hose in an atmosphere of 25° C. and cured to obtain a sandwich panel. The compounded solution injected into the bagging film quickly spreads throughout the fabric through the grooves in the core. The obtained panel had high surface smoothness without any dents due to the strands falling into the core groove and the curing shrinkage of the resin.

[0020] 264 A mixture of 70 parts by weight of a bisphenol A type epoxy resin (low molecular weight type, Epicoat 834 manufactured by Japan Epoxy Rendin Co., Ltd.) and 30 parts by weight of bisphenol A type epoxy resin (high molecular weight type, AER6002 manufactured by Japan Epoxy Rendin Co., Ltd.), and organic vibration A matrix resin was prepared by adding 5% by weight of DCHBSA as a damping agent to the mixture and 7.5% by weight of polyamidoamine as a curing agent to the mixture. This was applied to a carbon fiber sheet (IM600-24K manufactured by Toho Tenax Co., Ltd., 820 tex single yarn denier, 2400 aligned) (weight per unit area 150 g/m²) at an impregnation temperature of 100°C by the melt impregnation method. Impregnation was performed so that the resin content was 35% by weight to obtain a prepeg.

[0021] 277 Using a hexagonal honeycomb structure made of aramid paper as a core material, two sheets of each of the prepgs (1 m×1 m) obtained above were laminated on both sides of the core material. This laminate was placed on an aluminum plate laid with a fluororesin film, the laminate was vacuum-packed with a nylon film, and autoclaved at 180° C. for 2 hours to obtain a honeycomb sandwich panel. The prepeg and the honeycomb core were adhered by directly adhering to the honeycomb core while curing the prepeg.

[0022] 286 Next, a honeycomb sound-absorbing panel was manufactured by making a hole having a hole diameter of about 2 mm corresponding to each cell of the honeycomb by a usual drilling process on one panel surface of the honeycomb sandwich panel obtained above.

04-08-2020 7

[0023] 292 [Comparative Example 1] A honeycomb sound absorbing panel was prepared in the same manner as in Example 2 except that the organic vibration damping agent was not mixed.

[0024] 297 The sound absorbing effect was compared using the honeycomb sound absorbing panels obtained in Example 2 and Comparative Example 1. 299 The sound absorption coefficient of each of the honeycomb sound absorption panels obtained in Example 2 was measured in accordance with the "reverberation chamber method sound absorption coefficient measurement method" defined in JIS A 1409. It was significantly higher than that of Comparative Example 1.

[0025] 306 The sandwich panel obtained by the present invention is lightweight and has excellent mechanical properties, and also has an excellent sound absorbing effect and vibration damping effect, so that it can be used as a sound absorbing material or the like in the fields of general industry and transportation machinery. 310 In particular, it can be used as a sound absorbing panel for an engine nacelle of an aircraft.

04-08-2020 8

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2003-146252

(P2003-146252A)

(43)公開日 平成15年5月21日 (2003.5.21)

(51)Int.Cl.⁷

識別記号

F I

マークコード(参考)

B 6 2 D 29/04

B 6 2 D 29/04

A 3 D 0 0 3

B 2 9 C 39/10

B 2 9 C 39/10

4 F 1 0 0

45/00

45/00

4 F 2 0 4

B 3 2 B 5/18

B 3 2 B 5/18

4 F 2 0 6

B 6 2 D 25/20

B 6 2 D 25/20

N

審査請求 未請求 請求項の数14 OL (全 7 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号

特願2001-348489(P2001-348489)

(71)出願人 000003159

東レ株式会社

東京都中央区日本橋室町2丁目2番1号

(22)出願日

平成13年11月14日 (2001.11.14)

(72)発明者 木本 幸胤

愛媛県伊予郡松前町大字筒井1515番地 東
レ株式会社愛媛工場内

(74)代理人 100091384

弁理士 伴 俊光

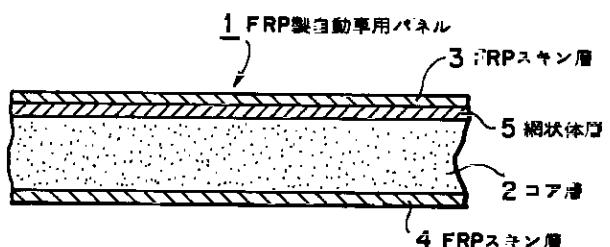
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 FRP製自動車用パネルおよびその製造方法

(57)【要約】

【課題】 成形に際しては大量生産向きのRTM法を採用でき、材料費、成形費ともに低減可能で、かつ、成形品の性能、とくにFRPスキン層の局部剥がれが生じにくく高い局部剛性を得ることが可能な、FRP製自動車用パネルおよびその製造方法を提供する。

【解決手段】 発泡体からなるコア材の少なくとも一面にFRPスキン層が設けられ、コア材とFRPスキン層との間に、両者が接合された状態においてFRPスキン層の面剛性を向上する手段が介在されていることを特徴とするFRP製自動車用パネル、およびそのRTM法による製造方法。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 発泡体からなるコア材の少なくとも一面にFRPスキン層が設けられ、コア材とFRPスキン層との間に、両者が接合された状態においてFRPスキン層の面剛性を向上する手段が介在されていることを特徴とするFRP製自動車用パネル。

【請求項2】 前記面剛性向上手段が、FRPスキン層のマトリックス樹脂とは異なる樹脂で形成された網状体からなる、請求項1のFRP製自動車用パネル。

【請求項3】 前記網状体が熱可塑性樹脂からなる、請求項2のFRP製自動車用パネル。

【請求項4】 前記面剛性向上手段が、FRPスキン層のマトリックス樹脂により形成され、FRPスキン層からコア材の肉厚方向に延びる複数の壁状突条からなる、請求項1のFRP製自動車用パネル。

【請求項5】 FRPスキン層がコア材の両面に設けられており、各FRPスキン層からコア材の肉厚方向に延びる壁状突条が、コア材の断面方向に見て千鳥に配置されている、請求項4のFRP製自動車用パネル。

【請求項6】 自動車用アンダーカバーである、請求項1～5のいずれかに記載のFRP製自動車用パネル。

【請求項7】 FRPスキン層の路面側表面にエンボスが施されている、請求項6のFRP製自動車用パネル。

【請求項8】 発泡体からなるコア材の少なくとも一面にFRPスキン層を、間にFRPスキン層の面剛性を向上する手段を介在させて、RTM法により一体に成形することを特徴とするFRP製自動車用パネルの製造方法。

【請求項9】 前記面剛性向上手段に、FRPスキン層のマトリックス樹脂とは異なる樹脂で形成された網状体を用いる、請求項8のFRP製自動車用パネルの製造方法。

【請求項10】 前記網状体が熱可塑性樹脂からなる、請求項9のFRP製自動車用パネルの製造方法。

【請求項11】 前記面剛性向上手段を、コア材のFRPスキン層側表面に面方向に延びる複数の溝を形成しておき、FRPスキン層のマトリックス樹脂を溝内に流入させて硬化させることによりFRPスキン層からコア材の肉厚方向に延びる複数の壁状突条を形成することによって、成形とともに構成する、請求項8のFRP製自動車用パネルの製造方法。

【請求項12】 コア材の両面に、前記溝をコア材の断面方向に見て千鳥配置になるように形成し、コア材の両面にFRPスキン層をRTM法により成形する、請求項11のFRP製自動車用パネルの製造方法。

【請求項13】 成形されるパネルが自動車用アンダーカバーである、請求項8～12のいずれかに記載のFRP製自動車用パネルの製造方法。

【請求項14】 FRPスキン層の路面側表面にエンボスを施す、請求項13のFRP製自動車用パネルの製造

方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、FRP（繊維強化プラスチック）製自動車用パネルおよびその製造方法に関し、とくに、全体としても高い剛性が要求されるとともに、局部的な外力や衝撃力に対しても高い局部剛性が要求される自動車用パネル、たとえば、自動車用アンダーカバー等に好適な、FRP製自動車用パネルおよびその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】自動車用の各種パネルとして、軽量で剛性が高く、耐久性や断熱性等に優れたFRP製パネルが注目をあびつつある。とくに高い剛性が要求される場合にはサンドイッチ構造が採用され、その一例として、FRPスキン層／アルミハニカムコア／FRPスキン層からなるサンドイッチ構造が知られている。空間比率の高いハニカム構造のアルミ材を介在させたサンドイッチ構造であるため、軽量化を確保しつつ、パネル全体として高い剛性を発現できる。

【0003】しかし、上記のようなサンドイッチ構造を有するパネル部材は、通常、FRPスキン層をプリプレグ積層のオートクレーブ成形によって製造されており、プリプレグを使用するため、さらに、ハニカム構造に形成されたアルミ材を使用するため、材料費が高く、加えて、オートクレーブ成形によるため成形費も高く、自動車用等の大量生産用途には適していない。

【0004】一方、発泡体からなるコア材を使用し、その両面にFRPスキン層を設けたサンドイッチ構造のパネルも知られている。コア材を発泡体で構成しているので、パネル全体として軽量化が可能であり、コア材とFRPスキン層を、RTM法(Resin Transfer Molding)により一体成形可能であるので、軽量化を達成しつつ、材料費、成形費の低減が可能となる。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、単に発泡体からなるコア材の両面にFRPスキン層を設けるだけでは、十分に高い剛性を発現させることができないことがある。とくに、自動車用アンダーカバーのように、全体として高い剛性が要求されつつ、局部的な外力や路面からの跳ね石等による局部的な衝撃力に対しても高い局部剛性が要求される自動車用パネルにおいては、次のような問題を生じるおそれがある。

【0006】たとえば図10に示すように、発泡体からなるコア材101の両面にFRPスキン層102、103を設けたサンドイッチ構造のパネル100に、局部的な曲げが作用すると、一方のFRPスキン層102が局部的にコア材101から剥離し、この剥離部104において所定のサンドイッチ構造が構成されなくなつて、剛性が低下する。また、剥離部104は外方への膨れとな

って残るので、外部に現れる部位によっては、意匠上問題となることがある。

【0007】また、たとえば図11に示すように、パネル100に局部的な圧縮荷重105（たとえば、跳ね石による局部的な衝撃荷重）が加わると、その部分でコア材101が圧縮変形するとともにFRPスキン層102が局部的にコア材101から剥離し（図11（a））、除荷後には、剥離したFRPスキン層102の方が大きく弾性復元するので、剥離したFRPスキン層102と圧縮変形したコア材101の間に局部的な隙間106が生じ（図11（b））、やはりこの部分において所定のサンドイッチ構造が構成されなくなつて剛性が低下する。さらに、FRPスキン層102の弾性復元量が十分でないと、凹みとなって残るので、外部に現れる部位によっては、意匠上問題となることがある。

【0008】そこで本発明の課題は、成形に際しては大量生産向きのRTM法を採用でき、材料費、成形費ともに低減可能で、かつ、成形品の性能、とくにFRPスキン層の局部剥がれが生じにくく高い局部剛性を得ることが可能な、FRP製自動車用パネルおよびその製造方法を提供することにある。

【0009】

【課題を解決するための手段】上記課題を解決するために、本発明に係るFRP製自動車用パネルは、発泡体からなるコア材の少なくとも一面にFRPスキン層が設けられ、コア材とFRPスキン層との間に、両者が接合された状態においてFRPスキン層の面剛性を向上する手段が介在されていることを特徴とするものからなる。本発明において「面剛性」とは、初期の所定の面形状を保つための剛性のことを言う。

【0010】また、本発明に係るFRP製自動車用パネルの製造方法は、発泡体からなるコア材の少なくとも一面にFRPスキン層を、間にFRPスキン層の面剛性を向上する手段を介在させて、RTM法により一体に成形することを特徴とする方法からなる。発泡体からなるコア材を使用し、RTM法により一体成形するので、ハニカムコアを使用しオートクレーブ成形する場合に比べ、材料費、成形費とともに大幅に低減され、大量生産に好適な成形法となる。

【0011】上記面剛性向上手段としては、FRPスキン層のマトリックス樹脂とは異なる樹脂で形成された網状体から構成することができる（第1の形態）。この網状体中にマトリックス樹脂が含浸された状態で硬化されるので、マトリックス樹脂を含む網状体がFRPスキン層とコア材との接合強化層として機能し、両者の接合強度が大幅に向上されて、FRPスキン層が面に沿う方向にもそれと直交する方向にも変形しにくくなつて、面剛性が向上される。その結果、FRPスキン層がコア材から剥離しにくくなり、サンドイッチ構造が維持されて、パネル材の局部剛性が高く維持される。

【0012】また、上記面剛性向上手段として、FRPスキン層のマトリックス樹脂により形成され、FRPスキン層からコア材の肉厚方向に延びる複数の壁状突条から構成することもできる（第2の形態）。FRPスキン層がコア材の両面に設けられる場合には、各FRPスキン層からコア材の肉厚方向に延びる壁状突条が、コア材の断面方向に見て千鳥に配置されることが好ましい。この壁状突条は、コア材のFRPスキン層側表面に面方向に延びる複数の溝を形成しておき、FRPスキン層のマトリックス樹脂を溝内に流入させて硬化させることにより、成形とともに構成することができる。複数の壁状突条がFRPスキン層からコア材の肉厚方向に延びているので、これら複数の壁状突条はFRPスキン層のアンカーとして機能し、FRPスキン層はとくに面方向に変形しにくくなり、変形が抑制されることによりコア材から剥離しにくくなる。その結果、とくにFRPスキン層が局部変形しにくくなり、サンドイッチ構造が維持されて、パネル材の局部剛性が高く維持される。

【0013】このような本発明に係るFRP製自動車用パネルは、とくに局部的な外力や衝撃力が加わる可能性の高い自動車用パネル、たとえば、自動車用アンダーカバーに好適なものである。自動車用アンダーカバーに適用する場合には、跳ね石等による局部的な傷つきが生じた場合にも、それが目立たないようにするために、FRPスキン層の外表面、とくに路面側表面にエンボスが施されていることが好ましい。エンボスを施しておくと、傷つきの目立ち防止効果に加え、一様感の高い意匠面が得られる。

【0014】

【発明の実施の形態】以下に、本発明の望ましい実施の形態を、図面を参照しながら説明する。本発明に係るFRP製自動車用パネルは、発泡体からなるコア材の少なくとも一面に、好ましくは両面にFRPスキン層が設けられ、コア材と少なくとも一方のFRPスキン層との間に、両者が接合された状態においてFRPスキン層の面剛性を向上する手段が介在された構成を有する。

【0015】本発明における発泡体からなるコア材としては、軽量化のために発泡され、あるレベル以上の剛性を有するものであれば特に限定されず、たとえば、ポリウレタンやアクリル、ポリスチレン、ポリイミド、塩化ビニル、フェノールなどの高分子材料のフォーム材などを使用できる。また、本発明におけるFRPとは、強化繊維により強化された樹脂を指し、強化繊維としては、たとえば、炭素繊維、ガラス繊維等の無機繊維や、ケブラー繊維、ポリエチレン繊維、ポリアミド繊維などの有機繊維からなる強化繊維が挙げられる。パネル全体の剛性を高く保つ面から、とくに炭素繊維が好ましい。FRPのマトリックス樹脂としては、たとえば、エポキシ樹脂、不飽和ポリエステル樹脂、ビニルエステル樹脂、フェノール樹脂等の熱硬化性樹脂が挙げられ、さらには、

ポリアミド樹脂、ポリオレフィン樹脂、ジシクロペンタジエン樹脂、ポリウレタン樹脂等の熱可塑性樹脂も使用可能である。

【0016】本発明におけるRTM法で成形する樹脂としては、粘度が低く強化纖維への含浸が容易な熱硬化性樹脂あるいは熱可塑性樹脂を形成するRIM用(Resin Injection Molding)モノマーが好適であり、の中でもFRP成形品の熱収縮を低減させ、クラックの発生を抑えるという点から、エポキシ樹脂または熱可塑性樹脂やゴム成分などを配合した変性エポキシ樹脂、ナイロン樹脂、ジシクロペンタジエン樹脂がより適している。

【0017】また、面剛性向上手段として網状体を使用する場合には、該網状体を構成する樹脂は、FRPスキン層のマトリックス樹脂とは異なる樹脂で形成することが好ましい。たとえば、FRPスキン層のマトリックス樹脂がエポキシ樹脂からなる場合には、網状体を構成する樹脂としてナイロンなどの熱可塑性樹脂を使用できる。この網状体は、本質的にFRPのマトリックス樹脂を構成するものではなく、専ら、FRPスキン層とコア材との接合強度を向上するつなぎの役目を果たし、接合強度の向上によって、FRPスキン層がコア材から剥がれにくくして、FRPスキン層の面剛性を高めるものである。

【0018】図1は、本発明の第1実施態様に係るFRP製自動車用パネルを示している。図1において、FRP製自動車用パネル1は、発泡体からなるコア材2と、その両面に配置されたFRPスキン層3、4を有し、一方のFRPスキン層3とコア材2との間に、面剛性向上手段としての網状体5(網状体を含む層)が介在されている。網状体5には、FRPスキン層3のマトリックス樹脂が含浸され硬化されており、網状体層を構成している。

【0019】このFRP製自動車用パネル1は次のように製造される。コア材2の両面にFRPスキン層3、4を構成する強化纖維が配され、一方のFRPスキン層3を構成する強化纖維層とコア材2の間に網状体5が介在される。この状態で、樹脂が注入され、RTM法によりパネルとして一体に成形される。このとき、注入樹脂、つまり、FRPスキン層を構成するマトリックス樹脂は、強化纖維層とともに網状体5にも含浸され、網状体5が介在された部分は、FRPスキン層3とコア材2との接合強化層として機能する。

【0020】FRPスキン層3、4は、たとえば、炭素纖維織物とエポキシ樹脂からなるマトリックス樹脂から構成され、網状体5には、たとえば、ナイロンからなる網状体が用いられる。また、コア材2には、たとえば、ウレタンフォーム材が用いられる。

【0021】このように構成されたFRP製自動車用パネル1においては、網状体5を含む網状体層が存在することにより、この層が介在しない場合に比べ、FRPス

キン層3とコア材2との接合強度が向上される。接合強度が向上される結果、FRPスキン層3とコア材2とは剥がれにくくなる。したがって、たとえば図10に示したのと同等の曲げが作用した場合、図2に示すように、FRPスキン層3がコア材2から剥離することが防止されるため、FRPスキン層3とコア材2は互いに変形を防止し合うことになり、FRPスキン層3の面剛性が向上され、ひいてはパネル全体としての剛性が向上される。

【0022】また、図3(a)に示すように、パネル1に局部的な圧縮荷重6(たとえば、跳ね石による局部的な衝撃荷重)が加わると、その部分でコア材2が圧縮変形するとともにFRPスキン層3が局部的にコア材2から剥離しようとする。しかしFRPスキン層3とコア材2との接合強度が向上されているため、FRPスキン層3がコア材2から剥離することは防止され、局部的な変形が小さく抑えられるとともに、除荷後にも、FRPスキン層3のコア材2からの剥離が防止され、サンドイッチ構造が保たれる(図3(b))。すなわち、パネル1の局部的な変形が抑えられるとともに、パネル1の局部剛性も高く維持される。

【0023】図4は、図1に示した実施態様の変形例に係るFRP製自動車用パネル11を示しており、コア材2の両面に網状体5(網状体層)を介在させた場合を示している。このFRP製自動車用パネル11においては、コア材2の両面側でFRPスキン層3、4との接合強度が向上されるので、両FRPスキン層3、4の面剛性が向上され、パネル11の局部的な変形の防止、局部剛性の維持が両面側で達成される。

【0024】図5は、本発明の第2実施態様に係るFRP製自動車用パネルを示している。図5において、FRP製自動車用パネル21は、発泡体からなるコア材22と、その両面に配置されたFRPスキン層23、24を有し、一方のFRPスキン層3からは、そのマトリックス樹脂によって形成された複数の壁状突条25が、コア材22の肉厚方向に延びている。この壁状突条25が、本発明で言う面剛性向上手段を構成している。

【0025】上記複数の壁状突条25は、RTM法により一体成形される際に、次のように成形される。すなわち、コア材22のFRPスキン層23側の表面に面方向に延びる複数の溝26を形成しておき、FRPスキン層23のマトリックス樹脂を溝26内に流入させて硬化させることにより、RTM法による一体成形とともに壁状突条25が構成される。

【0026】FRPスキン層23、24は、たとえば、炭素纖維織物とエポキシ樹脂からなるマトリックス樹脂から構成され、壁状突条25は、そのマトリックス樹脂としてのエポキシ樹脂を硬化させることにより形成される。壁状突条25としては、たとえば、幅1mm程度、深さ4mm程度、配設ピッチ1/2インチ程度に形成す

ればよい。コア材22には、たとえば、アクリルフォーム材が用いられる。

【0027】このように構成されたFRP製自動車用パネル21においては、図6に示すように、FRPスキン層23からは複数の壁状突条25がコア材22内へと延設されているので、壁状突条25はFRPスキン層23に対してはアンカー効果を発揮し、FRPスキン層23の面剛性が大幅に高められる。したがって、局部的な圧縮荷重27が加わった際にも、FRPスキン層23の変形が抑えられる。また、複数の壁状突条25の存在によってFRPスキン層23とコア材22との接合強度も高められるので、両者は剥離にくくなり、図7に示すように曲げが作用した場合にあっても、FRPスキン層23はコア材22から剥離しなくなる。したがって、所望のサンドイッチ構造が維持され、パネル21の局部剛性、さらには全体の剛性が高く保たれる。

【0028】壁状突条がコア材の両面側に設けられる場合には、たとえば図8に示す変形例のように配置することが好ましい。図8に示すFRP製自動車用パネル31においては、FRPスキン層23から複数の壁状突条25がコア材22の肉厚方向に延びているとともに、FRPスキン層24からも複数の壁状突条28がコア材22の肉厚方向に延びており、両壁状突条25、28は、コア材22の断面方向に見て千鳥に配置されている。

【0029】コア材の両面側に、面剛性向上手段としての壁状突条を配設することにより、両面側のFRPスキン層23、24の面剛性が向上され、パネル31全体としての剛性が一段と向上されることになる。壁状突条25、28を千鳥に配置することにより、サンドイッチパネルの限られた厚さの中で、パネル全体の強度、剛性を維持しながら、両面側について目標とする面剛性向上効果が得られる。

【0030】上記のような本発明に係るFRP製自動車用パネルは、たとえば自動車用アンダーカバーとして好適である。アンダーカバーに適用する場合には、局部的な外力や、跳ね石等による局部的な衝撃力が、とくに路面側表面に加わることがあるので、このような外力による傷つきが発生した場合にも、それが目立たないようにしておくことが好ましい。そのために、たとえば図9に図1に示した態様の応用例を示すように、路面側表面を形成するFRPスキン層3の外面にエンボス41を施しておくことが好ましい。エンボス41を施しておくことにより、跳ね石等による局部的な傷つきが生じた場合にもその傷が目立たなくなるとともに、エンボス41が均一に施されることにより、その面に一様感を付与して新規な意匠面を得ることも可能となる。

【0031】なお、上記エンボスの付与は、たとえば、

FRPスキン層成形の際にエンボス付きの離型資材（たとえば、離型フィルム）を使用し、成形後にそれを剥離除去するとともに、転写により、成形されたFRPスキン層の表面にエンボスマーキを残すことで、容易に行われる。

【0032】

【発明の効果】以上説明したように、本発明に係るFRP製自動車用パネルおよびその製造方法によれば、大量生産向きのRTM法を採用でき、材料費、成形費ともに低減可能になるとともに、FRPスキン層の面剛性向上手段を設けることによりFRPスキン層の局部剥がれが生じにくくなっている高い局部剛性を得ることができ、パネル全体としても高い剛性を維持することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の第1実施態様に係るFRP製自動車用パネルの部分断面図である。

【図2】図1のパネルに曲げが作用した場合の状態を示す概略部分断面図である。

【図3】図1のパネルに圧縮荷重が作用した場合の状態を示す概略部分断面図である。

【図4】図1の変形例に係るFRP製自動車用パネルの部分断面図である。

【図5】本発明の第2実施態様に係るFRP製自動車用パネルの部分断面図である。

【図6】図5のパネルに圧縮荷重が作用した場合の状態を示す概略部分断面図である。

【図7】図5のパネルに曲げが作用した場合の状態を示す概略部分断面図である。

【図8】図5の変形例に係るFRP製自動車用パネルの部分断面図である。

【図9】エンボスが付与されたFRP製自動車用パネルの例を示す部分断面図である。

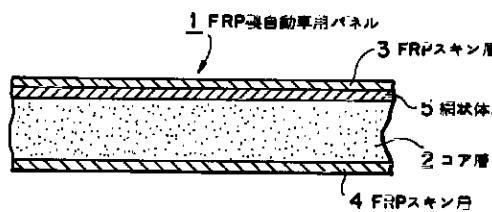
【図10】従来パネルの問題点を示す概略部分断面図である。

【図11】従来パネルの別の問題点を示す概略部分断面図である。

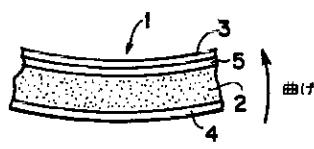
【符号の説明】

- 1、11、21、31 FRP製自動車用パネル
- 2、22 コア材
- 3、4、23、24 FRPスキン層
- 5 剛性向上手段としての網状体（網状体層）
- 6 圧縮荷重
- 25、28 剛性向上手段としての壁状突条
- 26 コア材の溝
- 27 圧縮荷重
- 41 エンボス

【図1】

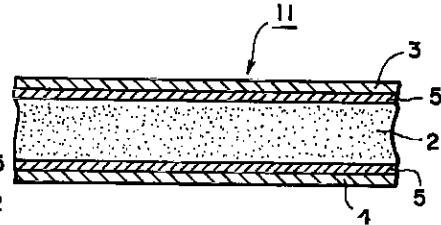
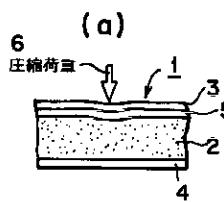


【図2】



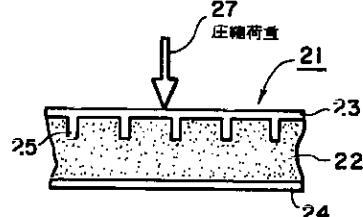
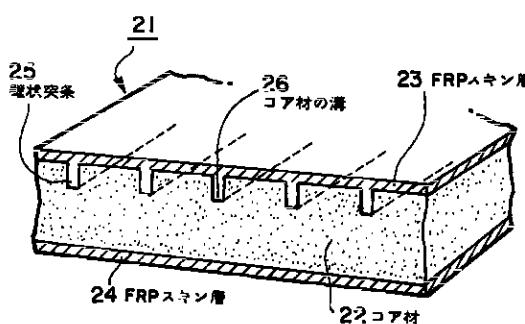
【図4】

【図3】



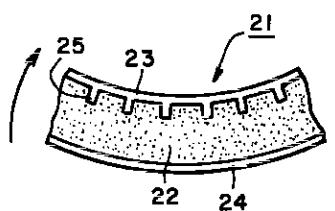
【図6】

【図5】

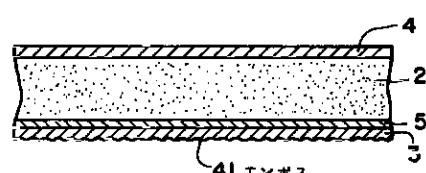
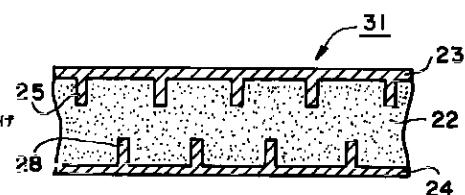


【図9】

【図7】

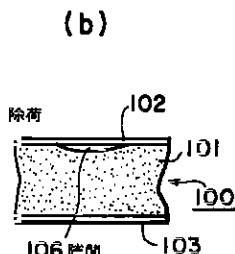
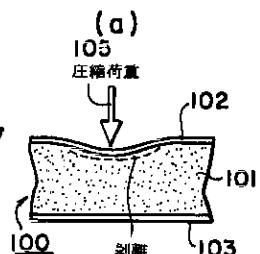
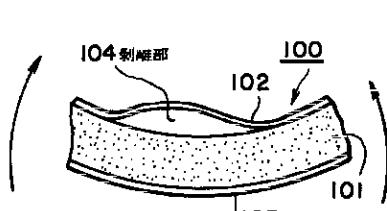


【図8】



【図11】

【図10】



フロントページの続き

(51) Int.C1. ⁷	識別記号	F I	(参考)
// B 29 K 105:08		B 29 K 105:08	
B 29 L 31:30		B 29 L 31:30	

F ターム(参考) 3D003 AA01 BB01 CA13
4F100 AK01C AK01E AROOC AROOE
BA03 BA05 BA06 BA07 BA10A
BA10B BA10D DC11C DC11E
DD01B DD01D DD04C DD04E
DH02B DH02D DJ01A GB32
JB16C JB16E JK01 JK01C
JK01E
4F204 AA41 AD20 AD24 AF01 AG03
AH17 EA01 EA05 EB01 EB13
EB29 EL11
4F206 AD16 AD17 AD18 AD24 AD35
AF07 AG20 AG21 AH24 JA07
JB12 JB20 JF05 JL02 JM05
JN25 JQ81

RESUMO JP2003146252A 11 PROBLEMA A SER RESOLVIDO: Fornecer um painel de automóvel de FRP e seu método de fabricação que possa empregar o método RTM para produção em massa na formação, reduzir o custo do material e o custo da formação e obter bom desempenho de moldagem, especialmente alta rigidez parcial que evita a pele de FRP camada de ser retirado localmente. **SOLUÇÃO:** Este painel de automóvel de FRP e seu método de fabricação pelo método RTM são caracterizados por a camada de pele de FRP ser colocada pelo menos em uma superfície de um material de núcleo feito de um corpo espumante e por meios para melhorar a rigidez da superfície da pele de FRP A camada em uma condição na qual o material do núcleo e a camada de pele de FRP estão conectadas entre si é fornecida entre o material do núcleo e a camada de pele de FRP.

CLAIMS JP2003146252A

1. 13 An FRP skin layer is provided on at least one surface of a core material made of foam, and a means for improving the surface rigidity of the FRP skin layer is interposed between the core material and the FRP skin layer in a state where both are joined. A FRP automobile panel characterized by the following.
2. 20 The FRP automobile panel according to claim 1, wherein the surface rigidity improving means is a net-like body made of a resin different from a matrix resin of the FRP skin layer.
3. 25 The FRP automobile panel according to claim 2, wherein the reticulate body is made of a thermoplastic resin.
4. 30 The FRP automobile panel according to claim 1, wherein the surface rigidity improving means is formed of a matrix resin of the FRP skin layer and includes a plurality of wall-shaped protrusions extending from the FRP skin layer in a thickness direction of the core material.
5. 36 The FRP skin layers are provided on both sides of the core material, and the wall-shaped protrusions extending from each FRP skin layer in the thickness direction of the core material

04-08-2020 1

are arranged in a zigzag manner when viewed in the cross-sectional direction of the core material. 4 FRP automobile panel.

6. 43 The FRP automobile panel according to any one of claims 1 to 5, which is an undercover for automobiles.
7. 48 The FRP automobile panel according to claim 6, wherein the road-side surface of the FRP skin layer is embossed.
8. 53 A FRP automobile panel characterized in that an FRP skin layer is formed on at least one surface of a core material made of a foam, and a means for improving the surface rigidity of the FRP skin layer is interposed therebetween, and is integrally formed by the RTM method. Production method.

9. 60 The method for manufacturing an FRP automobile panel according to claim 8, wherein a netlike body made of a resin different from the matrix resin of the FRP skin layer is used as the surface rigidity improving means.

10. 66 10. The method for manufacturing an FRP automobile panel according to claim 9, wherein the mesh is made of a thermoplastic resin.

11. 71 In the surface rigidity improving means, a plurality of grooves extending in the surface direction are formed on the surface of the core material on the side of the FRP skin layer, and the matrix resin of the FRP skin layer is caused to flow into the grooves to be hardened to thereby harden the FRP skin layer. 9. The method for manufacturing an FRP automobile panel according to claim 8, wherein the FRP automobile panel is formed by forming a plurality of wall-shaped protrusions extending from the core material in the thickness direction of the core material.

04-08-2020 2

12. 81 12. The FRP automobile for automobiles according to claim 11, wherein the grooves are formed on both sides of the core material in a zigzag arrangement when viewed in the crosssectional direction of the core material, and FRP skin layers are formed on both sides of the core material by the RTM method. Panel manufacturing method.

13. 88 13. The method for manufacturing an FRP automobile panel according to claim 8, wherein the molded panel is an automobile undercover.

14. 93 14. The method for manufacturing an FRP automobile panel according to claim 13, wherein the road surface of the FRP skin layer is embossed.

04-08-2020 3

DESCRIPTION JP2003146252A

[0001] 13 BACKGROUND OF THE INVENTION 1. Field of the Invention The present invention relates to an FRP (fiber reinforced plastic) automobile panel and a method for manufacturing the same, and in particular, it requires high rigidity as a whole and is resistant to local external force and impact force. The present invention also relates to an FRP automobile panel suitable for an automobile panel requiring high local rigidity, for example, an undercover for automobiles, and a method for manufacturing the same.

[0002] 22 2. Description of the Related Art FRP panels, which are lightweight, have high rigidity, and are excellent in durability and heat insulating properties, are drawing attention as various types of panels for automobiles. A sandwich structure is adopted when particularly high rigidity is required, and as one example, a sandwich structure including an FRP skin layer/aluminum honeycomb core/FRP skin layer is known. Since it is a sandwich structure in which a honeycomb-structured aluminum material having a high space ratio is interposed, it is possible to realize high rigidity as the entire panel while ensuring lightness.

[0003] 32 However, the panel member having the sandwich structure as described above is usually manufactured by autoclave molding of the FRP skin layer by prepreg lamination, and

since the prepreg is used, the aluminum material formed in the honeycomb structure is further used. Therefore, the material cost is high, and the molding cost is high due to the autoclave molding, which is not suitable for mass production such as automobiles.

04-08-2020 1

[0004] 40 On the other hand, a sandwich structure panel in which a core material made of foam is used and FRP skin layers are provided on both surfaces of the core material is also known. 42 Since the core material is made of foam, it is possible to reduce the weight of the entire panel, and the core material and the FRP skin layer can be integrally molded by the RTM method (Resin Transfer Molding), thus achieving weight reduction. At the same time, it is possible to reduce material cost and molding cost.

[0005] 49 However, merely providing the FRP skin layers on both surfaces of the core material made of foam may not be able to achieve sufficiently high rigidity. In particular, an automotive panel that requires high rigidity as a whole, such as an undercover for an automobile, but is also required to have high local rigidity against a local external force or a local impact force caused by a rubble stone from the road surface. However, the following problems may occur.

[0006] 57 For example, as shown in FIG. 10, when a local bending acts on a panel 100 having a sandwich structure in which FRP skin layers 102 and 103 are provided on both surfaces of a core material 101 made of foam, one FRP skin layer 102 is locally formed. The core material 101 is peeled off from the core material 101, and a predetermined sandwich structure is not formed in the peeling portion 104, so that the rigidity is lowered. Further, the peeling portion 104 remains as a bulge outward, which may cause a design problem depending on the portion exposed to the outside.

[0007] 67 Further, for example, as shown in FIG. 11, when a local compressive load 105 (for example, a local impact load due to a pebbles) is applied to the panel 100, the core material 101 is compressed and deformed at that portion and the FRP skin layer 102 is also applied. Is locally peeled from the core material 101 (FIG. 11A), and after unloading, the peeled FRP skin layer 102 is more elastically restored, so the peeled FRP skin layer 102 and the core material compressed and deformed. A local gap 106 is generated between 101 (FIG. 11B), and a predetermined sandwich structure is not formed in this portion as well, and the rigidity is lowered. Furthermore, if the elastic restoration amount of the FRP skin layer 102 is not sufficient, the FRP skin layer 102 remains as a recess, which may cause a design problem depending on the portion exposed to the outside.

[0008]

04-08-2020 2

80 Therefore, the object of the present invention is to use the RTM method suitable for mass production during molding, which can reduce both material cost and molding cost, and the performance of the molded product, in particular the local peeling of the FRP skin layer, which has high local rigidity. An object of the present invention is to provide an FRP automobile panel and a method for producing the same, which are capable of obtaining the above.

[0009] 88 In order to solve the above-mentioned problems, an FRP automobile panel according to the present invention is provided with a FRP skin layer on at least one surface of a core material made of foam, and the core material and the FRP skin are provided. A means for improving the surface rigidity of the FRP skin layer in the state where they are joined is interposed between the layer and the layer. 93 In the present invention, "surface rigidity" means rigidity for maintaining an initial predetermined surface shape.

[0010] 98 Further, in the method for manufacturing an FRP automobile panel according to the present invention, an FRP skin layer is provided on at least one surface of a core material made of a foam, and a means for improving the surface rigidity of the FRP skin layer is interposed between the RTM method. The method is characterized in that it is integrally molded by means of. Since a core material made of foam is used and integrally molded by the RTM method, both material cost and molding cost are significantly reduced compared to autoclave molding using a honeycomb core, which is a molding method suitable for mass production. ..

[0011] 108 The surface rigidity improving means may be composed of a net-like body formed of a resin different from the matrix resin of the FRP skin layer (first form). Since the matrix resin is hardened in a state of being impregnated with the matrix resin, the matrix resin-containing network functions as a bond strengthening layer between the FRP skin layer and the core material, and the bonding strength between the two is significantly improved. , The FRP skin layer is less likely to be deformed in the direction along the surface or in the direction orthogonal thereto, and the surface rigidity is improved. As a result, the FRP skin layer is less likely to peel from the core material, the sandwich structure is maintained, and the local rigidity of the panel material is maintained high.

[0012] 120 Further, as the surface rigidity improving means, a plurality of wall-shaped protrusions formed of a matrix resin of the FRP skin layer and extending in the thickness direction of the

04-08-2020 3

core material from the FRP skin layer can be used (second mode). When the FRP skin layers are provided on both sides of the core material, it is preferable that the wall-shaped protrusions extending from each FRP skin layer in the thickness direction of the core material are arranged in a zigzag manner when viewed in the cross-sectional direction of the core material. .. This wall-shaped ridge is formed together with molding by forming a plurality of grooves extending in the surface direction on the surface of the core material on the FRP skin layer side and allowing the matrix resin of the FRP skin layer to flow into the grooves and cure. can do. Since the plurality of wall-shaped ridges extend from the FRP skin layer in the thickness direction of the core material, the plurality of wall-shaped ridges function as anchors of the FRP skin layer, and the FRP skin layer is deformed particularly in the plane direction. It also becomes difficult to peel off the core material because the deformation is suppressed. As a result, the FRP skin layer is not likely to be locally deformed, the sandwich structure is maintained, and the local rigidity of the panel material is maintained high.

[0013] 139 Such an FRP automobile panel according to the present invention is particularly suitable for an automobile panel which is highly likely to receive a local external force or

impact force, for example, an under cover for an automobile. When applied to undercovers for automobiles, embossing is applied to the outer surface of the FRP skin layer, especially to the roadside surface, in order to make it inconspicuous even if local damages such as rocks occur. It is preferably applied. When embossed, in addition to the effect of preventing scratches and conspicuousness, a highly uniform design surface can be obtained.

[0014] 149 BEST MODE FOR CARRYING OUT THE INVENTION Preferred embodiments of the present invention will be described below with reference to the drawings. The FRP automobile panel according to the present invention is provided with an FRP skin layer on at least one side, preferably both sides, of a core material made of a foam, and the core material and at least one FRP skin layer are bonded to each other. In this state, a means for improving the surface rigidity of the FRP skin layer is interposed.

[0015] 158 The core material made of a foam in the present invention is foamed for weight reduction and is not particularly limited as long as it has a rigidity of a certain level or more, and examples thereof include polyurethane, acryl, polystyrene, polyimide, vinyl chloride and phenol. A foam material made of a polymer material such as can be used. The FRP in the present invention refers to a resin reinforced by reinforcing fibers, and examples of the reinforcing fibers include inorganic fibers such as carbon fibers and glass fibers, and organic fibers such

04-08-2020 4

as Kevlar fibers, polyethylene fibers and polyamide fibers. Reinforcement fiber which becomes. Carbon fiber is particularly preferable in terms of keeping the rigidity of the entire panel high. Examples of the FRP matrix resin include thermosetting resins such as epoxy resin, unsaturated polyester resin, vinyl ester resin and phenol resin, and further, polyamide resin, polyolefin resin, dicyclopentadiene resin, polyurethane resin and the like. The thermoplastic resin of can also be used.

[0016] 173 As the resin to be molded by the RTM method in the present invention, a RIM (resin injection molding) monomer that forms a thermosetting resin or a thermoplastic resin that has a low viscosity and can be easily impregnated into reinforcing fibers is preferable. Modified epoxy resins, nylon resins, and dicyclopentadiene resins in which an epoxy resin or a thermoplastic resin or a rubber component is mixed are more suitable from the viewpoint of reducing the heat shrinkage of the molded product and suppressing the generation of cracks.

[0017] 182 When a net-like member is used as the means for improving surface rigidity, the resin forming the net-like member is preferably formed of a resin different from the matrix resin of the FRP skin layer. 185 For example, when the matrix resin of the FRP skin layer is an epoxy resin, a thermoplastic resin such as nylon can be used as the resin forming the mesh body. This reticulate body does not essentially constitute a matrix resin of FRP, but serves exclusively as a joint for improving the joint strength between the FRP skin layer and the core material, and the joint strength is improved so that the FRP skin layer is The surface of the FRP skin layer is enhanced by making it difficult to peel from the core material.

[0018] 194 FIG. 1 shows an FRP automobile panel according to a first embodiment of the present invention. In FIG. 1, an FRP automobile panel 1 has a core material 2 made of foam and FRP skin layers 3 and 4 arranged on both sides thereof, and between one FRP skin layer 3 and the core material 2. A mesh body 5 (a layer including the mesh body) as a means for improving the surface rigidity is interposed between the two. The mesh resin 5 is impregnated with the matrix resin of the FRP skin layer 3 and cured to form a mesh layer.

[0019] 203 This FRP automobile panel 1 is manufactured as follows. Reinforcing fibers forming the FRP skin layers 3 and 4 are arranged on both surfaces of the core material 2, and the mesh 5 is interposed between the reinforcing fiber layer forming one FRP skin layer 3 and the core

04-08-2020 5

material 2. In this state, resin is injected and integrally molded as a panel by the RTM method. At this time, the injected resin, that is, the matrix resin that constitutes the FRP skin layer, is also impregnated into the mesh body 5 together with the reinforcing fiber layer, and the portion where the mesh body 5 is interposed between the FRP skin layer 3 and the core material 2. Functions as a bond strengthening layer.

[0020] 214 The FRP skin layers 3 and 4 are made of, for example, a matrix resin made of a carbon fiber woven fabric and an epoxy resin, and the net body 5 is made of, for example, a nylon net. Further, for the core material 2, for example, a urethane foam material is used.

[0021] 220 In the FRP automobile panel 1 configured as described above, the presence of the net-like body layer including the net-like body 5 causes the bonding strength between the FRP skin layer 3 and the core material 2 as compared with the case where this layer is not present. Is improved. As a result of the improved bonding strength, the FRP skin layer 3 and the core material 2 are less likely to come off. Therefore, for example, when a bending equivalent to that shown in FIG. 10 is applied, the FRP skin layer 3 is prevented from peeling from the core material 2 as shown in FIG. The two prevent mutual deformation, and the surface rigidity of the FRP skin layer 3 is improved, which in turn improves the rigidity of the panel as a whole.

[0022] 231 Further, as shown in FIG. 3A, when a local compressive load 6 (for example, a local impact load due to a pebbles) is applied to the panel 1, the core material 2 is compressed and deformed at that portion, and the FRP skin The layer 3 locally tries to separate from the core material 2. However, since the joint strength between the FRP skin layer 3 and the core material 2 is improved, the FRP skin layer 3 is prevented from peeling from the core material 2, local deformation is suppressed to a small level, and even after unloading. , The FRP skin layer 3 is prevented from peeling from the core material 2 and the sandwich structure is maintained (FIG. 3(b)). That is, the local deformation of the panel 1 is suppressed, and the local rigidity of the panel 1 is maintained high.

[0023] 243 FIG. 4 shows an FRP automobile panel 11 according to a modification of the embodiment shown in FIG. 1, and shows a case where a mesh body 5 (mesh layer) is interposed on both surfaces of the core material 2. .. In this FRP automobile panel 11, the bonding strength with the FRP skin layers 3 and 4 is improved on both sides of the core

material 2, so the surface rigidity of both FRP skin layers 3 and 4 is improved, and Prevention of local deformation and

04-08-2020 6

maintenance of local rigidity are achieved on both sides.

[0024] 252 FIG. 5 shows an FRP automobile panel according to a second embodiment of the present invention. In FIG. 5, an FRP automobile panel 21 has a core material 22 made of foam and FRP skin layers 23 and 24 arranged on both surfaces thereof, and one FRP skin layer 3 is made of a matrix resin. The formed wall-shaped protrusions 25 extend in the thickness direction of the core material 22. The wall-shaped protrusion 25 constitutes the surface rigidity improving means referred to in the present invention.

[0025] 261 The plurality of wall-shaped protrusions 25 are formed as follows when integrally formed by the RTM method. That is, a plurality of grooves 26 extending in the surface direction are formed on the surface of the core material 22 on the FRP skin layer 23 side, and the matrix resin of the FRP skin layer 23 is caused to flow into the grooves 26 and hardened, whereby the RTM method is performed. And the wall-shaped protrusion 25 is formed.

[0026] 269 The FRP skin layers 23 and 24 are made of, for example, a matrix resin made of carbon fiber woven fabric and an epoxy resin, and the wall-shaped ridges 25 are formed by curing the epoxy resin as the matrix resin. The wall-shaped protrusions 25 may be formed, for example, with a width of about 1 mm, a depth of about 4 mm, and an arrangement pitch of about 1/2 inch. For the core material 22, for example, an acrylic foam material is used.

[0027] 277 In the FRP automobile panel 21 thus configured, as shown in FIG. 6, a plurality of wall-shaped ridges 25 are extended from the FRP skin layer 23 into the core material 22. The ridges 25 exert an anchor effect on the FRP skin layer 23, and the surface rigidity of the FRP skin layer 23 is significantly increased. Therefore, even when a local compressive load 27 is applied, the deformation of the FRP skin layer 23 is suppressed. In addition, since the joint strength between the FRP skin layer 23 and the core material 22 is enhanced by the existence of the plurality of wall-shaped protrusions 25, it becomes difficult for the two to separate, and when bending is applied as shown in FIG. However, the FRP skin layer 23 does not separate from the core material 22. Therefore, the desired sandwich structure is maintained, and the local rigidity of the panel 21 and the overall rigidity of the panel 21 are maintained high.

[0028]

04-08-2020 7

290 When the wall-shaped ridges are provided on both sides of the core material, it is preferable to arrange them as in the modification shown in FIG. In the FRP automobile panel 31 shown in FIG. 8, a plurality of wall-shaped protrusions 25 extend from the FRP skin layer 23 in the thickness direction of the core material 22, and also a plurality of wall-shaped protrusions from the FRP skin layer 24. The strips 28 extend in the thickness direction of the core material 22, and the two wall-shaped projecting strips 25, 28 are arranged in a zigzag shape when viewed in the cross-sectional direction of the core material 22.

[0029] 300 By arranging wall-shaped protrusions on both sides of the core material as means for improving surface rigidity, the surface rigidity of the FRP skin layers 23, 24 on both sides is improved, and the rigidity of the panel 31 as a whole is further improved. Will be. By arranging the wall-shaped protrusions 25 and 28 in a zigzag manner, the target surface rigidity improving effect on both sides can be obtained while maintaining the strength and rigidity of the entire panel within the limited thickness of the sandwich panel. To be

[0030] 309 The FRP automobile panel according to the present invention as described above is suitable, for example, as an undercover for automobiles. When applied to the undercover, a local external force or a local impact force due to a rubble stone, etc. may be applied to the road surface in particular, so even if such an external force causes damage, It is preferable to keep it inconspicuous. For this purpose, it is preferable to emboss 41 on the outer surface of the FRP skin layer 3 forming the road surface, as shown in an application example of the embodiment shown in FIG. By applying the embossing 41, even if a local damage such as a pebbles is generated, the damage is inconspicuous, and the embossing 41 is uniformly applied to give a uniform feeling to the surface. It is also possible to obtain a new design surface.

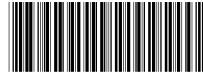
[0031] 322 The embossing may be performed by using a release material with embossing (for example, a release film) at the time of molding the FRP skin layer, peeling and removing it after molding, and transferring the molded FRP by transfer. This is easily done by leaving an embossed mark on the surface of the skin layer.

[0032] 329 As described above, according to the FRP automobile panel and the manufacturing method thereof according to the present invention, the RTM method suitable for mass production can be adopted, and the material cost and the molding cost can be reduced. By providing the

04-08-2020 8

means for improving the surface rigidity of the FRP skin layer, local peeling of the FRP skin layer is less likely to occur and high local rigidity can be obtained, and high rigidity can be maintained for the entire panel.

04-08-2020 9



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 1950200 B

(45) 授权公告日 2012.09.19

(21) 申请号 200580012275.6

(51) Int. Cl.

(22) 申请日 2005.02.02

B32B 15/14 (2006.01)

(30) 优先权数据

10/775,564 2004.02.10 US

(56) 对比文件

(85) PCT申请进入国家阶段日

2006.10.09

EP 0323660 A1, 1989.07.12, 说明书第3页
第32行至第4页第17行以及第4页第40-43行.

(86) PCT申请的申请数据

PCT/US2005/002858 2005.02.02

US 5429326, 1995.07.04, 第2栏第5-53

行.

CN 1080590 A, 1994.01.12, 全文.

审查员 史慧

(87) PCT申请的公布数据

WO2005/110736 EN 2005.11.24

(73) 专利权人 波音公司

地址 美国伊利诺伊州

(72) 发明人 威拉德·N·韦斯特尔

A·卢·温格特 斯文·E·阿克斯特

加里·D·塔斯 爱德华·李

莫·K·索莱曼 威廉·B·格雷斯

凯·Y·布洛豪伊亚克 朱迪·S·陈

(74) 专利代理机构 北京纪凯知识产权代理有限

公司 11245

代理人 赵蓉民

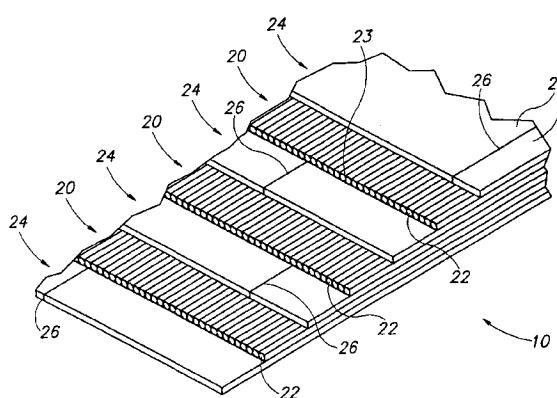
权利要求书 4 页 说明书 5 页 附图 5 页

(54) 发明名称

铝-纤维层压体

(57) 摘要

一种示例性纤维金属层压体，该层压体包括至少两层金属层和至少一层粘接在两层金属层之间的纤维层。该纤维层包括树脂基体和弹性模量大于约270GPa的有机聚合物纤维。聚合物纤维可包括聚二咪唑并亚吡啶基纤维。金属层可包括预处理过的铝合金层。



1. 纤维 - 金属层压体, 其包括 :
至少两层金属层 ; 及
置于所述至少两层金属层之间的至少一层纤维层, 该至少一层纤维层包括树脂基体和弹性模量大于约 270GPa 的有机聚合物纤维, 其中所述聚合物纤维包括聚二咪唑并亚吡啶基纤维。
2. 权利要求 1 所述的层压体, 其中所述至少一层纤维层粘接在所述至少两层金属层上。
3. 权利要求 1 所述的层压体, 其中所述聚合物纤维不与金属层发生原电池反应。
4. 权利要求 1 所述的层压体, 其中聚二咪唑并亚吡啶基纤维包括聚 {2,6- 二咪唑并 [4,5-b4' ,5' -e] 亚吡啶基 -1,4(2,5- 二羟基) 亚苯基 } 纤维。
5. 权利要求 1 所述的层压体, 其中所述至少两层包括铝合金。
6. 权利要求 5 所述的层压体, 其中所述铝合金包括可热处理的铝合金。
7. 权利要求 5 所述的层压体, 其中所述铝合金包括 2024 铝合金。
8. 权利要求 5 所述的层压体, 其中所述铝合金包括 7075 铝合金。
9. 权利要求 5 所述的层压体, 其中所述铝合金包括 7055 铝合金。
10. 权利要求 5 所述的层压体, 其中所述铝合金包括 2000 系列铝合金。
11. 权利要求 5 所述的层压体, 其中所述铝合金包括 7000 系列铝合金。
12. 权利要求 5 所述的层压体, 其中所述铝合金包括 5000 系列铝合金。
13. 权利要求 5 所述的层压体, 其中所述铝合金包括 6000 系列铝合金。
14. 权利要求 1 所述的层压体, 其中所述至少两层包括钛合金。
15. 权利要求 1 所述的层压体, 其中所述至少两层包括不锈钢合金。
16. 权利要求 1 所述的层压体, 其中所述树脂基体包括环氧树脂。
17. 权利要求 1 所述的层压体, 其中所述树脂基体包括热固性材料。
18. 权利要求 1 所述的层压体, 其中所述至少两层金属层构成所述层压体的不足 40% 的重量。
19. 权利要求 1 所述的层压体, 其中所述至少两层金属层构成所述层压体的约 10% ~ 50% 的体积。
20. 权利要求 1 所述的层压体, 其中至少一部分纤维沿基本相同的方向排列。
21. 权利要求 20 所述的层压体, 其中多于 90% 的所述纤维沿基本相同的方向排列。
22. 权利要求 20 所述的层压体, 其中约 100% 的所述纤维沿基本相同的方向排列。
23. 权利要求 1 所述的层压体, 其中至少一部分纤维彼此成 45° 角排列。
24. 权利要求 1 所述的层压体, 其中所述至少一部分纤维沿多个方向排列。
25. 权利要求 1 所述的层压体, 其中所述纤维包括连续纤维。
26. 权利要求 1 所述的层压体, 其中所述至少两层金属层包括 3 至 15 层。
27. 权利要求 1 所述的层压体, 其中所述至少一层纤维层包括 3 至 15 层纤维。
28. 权利要求 1 所述的层压体, 其中所述至少两层金属层的每层厚度均为约 0.004 英寸至约 0.025 英寸。
29. 权利要求 1 所述的层压体, 其中所述至少两层金属层进行表面预处理。
30. 权利要求 29 所述的层压体, 其中所述预处理包括磷酸阳极氧化。

31. 权利要求 29 所述的层压体, 其中所述预处理包括对所述至少两层金属层涂覆以相间层。
32. 权利要求 31 所述的层压体, 其中所述预处理包括溶胶 - 凝胶表面准备。
33. 权利要求 2 所述的层压体, 其中所述至少一层纤维层用粘合剂粘接。
34. 权利要求 33 所述的层压体, 其中所述粘合剂包括环氧粘合剂。
35. 权利要求 1 所述的层压体, 其还包括至少一层布置在所述至少两层金属层之间的芯层。
36. 权利要求 35 所述的层压体, 其中所述芯层包括蜂窝状芯。
37. 权利要求 36 所述的层压体, 其中所述蜂窝状芯包括六边形蜂窝状芯。
38. 一种纤维 - 金属层压体, 其包括:
至少两层铝合金层; 和
至少一层粘接在所述至少两层铝合金层之间的树脂 - 纤维层, 所述树脂 - 纤维层包括树脂基体和聚二咪唑并亚吡啶基纤维。
39. 权利要求 38 所述的层压体, 其中聚二咪唑并亚吡啶基纤维包括聚 {2,6- 二咪唑并 [4,5-b]4',5'-e] 亚吡啶基 -1,4(2,5- 二羟基) 亚苯基} 纤维。
40. 权利要求 38 所述的层压体, 其中所述铝合金包括可热处理的铝合金。
41. 权利要求 40 所述的层压体, 其中所述铝合金包括 2024 铝合金。
42. 权利要求 40 所述的层压体, 其中所述铝合金包括 7075 铝合金。
43. 权利要求 40 所述的层压体, 其中所述铝合金包括 7055 铝合金。
44. 权利要求 40 所述的层压体, 其中所述铝合金包括 2000 系列铝合金。
45. 权利要求 40 所述的层压体, 其中所述铝合金包括 7000 系列铝合金。
46. 权利要求 40 所述的层压体, 其中所述铝合金包括 5000 系列铝合金。
47. 权利要求 40 所述的层压体, 其中所述铝合金包括 6000 系列铝合金。
48. 权利要求 38 所述的层压体, 其中所述至少一层树脂 - 纤维层用粘合剂粘接在所述至少两层之间。
49. 权利要求 38 所述的层压体, 其中所述树脂基体包括环氧树脂。
50. 权利要求 38 所述的层压体, 其中所述树脂基体包括热固性材料。
51. 权利要求 38 所述的层压体, 其中所述至少两层金属层构成所述层压体的不足 40% 的重量。
52. 权利要求 38 所述的层压体, 其中所述至少两层金属层构成所述层压体的约 10%~50% 体积。
53. 权利要求 38 所述的层压体, 其中多于约 90% 的纤维沿基本相同的方向排列。
54. 权利要求 53 所述的层压体, 其中约 100% 的纤维沿基本相同的方向排列。
55. 权利要求 38 所述的层压体, 其中至少一部分所述纤维彼此成 45° 角排列。
56. 权利要求 38 所述的层压体, 其中至少一部分所述纤维沿多个方向排列。
57. 权利要求 38 所述的层压体, 其中所述至少两层金属层包括 3 至 15 层金属层。
58. 权利要求 38 所述的层压体, 其中所述至少一层纤维层包括 3 至 15 层聚合物纤维增强层。
59. 权利要求 38 所述的层压体, 其中所述至少两层金属层的每层厚度均为约 0.004 英

寸至约 0.025 英寸。

60. 权利要求 38 所述的层压体, 其中所述至少两层金属层进行表面预处理。
61. 权利要求 60 所述的层压体, 其中所述预处理包括磷酸阳极氧化。
62. 权利要求 60 所述的层压体, 其中所述预处理包括溶胶 - 凝胶表面准备。
63. 权利要求 60 所述的层压体, 其中所述预处理包括对所述至少两层金属层涂覆以相间层。
64. 权利要求 38 所述的层压体, 其还包括至少一层布置在所述至少两层金属层之间的中空芯层。
65. 权利要求 64 所述的层压体, 其中所述中空芯层包括蜂窝状芯。
66. 权利要求 65 所述的层压体, 其中所述蜂窝状芯包括六边形蜂窝状芯。
67. 一种航空器复合组件, 该组件包括:
至少两层铝合金箔层, 其厚度均为约 0.004 英寸至约 0.025 英寸; 以及
至少一层粘接在至少两层箔层之间的聚合物复合层, 该复合层包括树脂基体和直线排列的聚二咪唑并亚吡啶基纤维。
68. 权利要求 67 所述的层压体, 其中聚二咪唑并亚吡啶基纤维包括聚 {2,6- 二咪唑并 [4,5-b]4',5' -e] 亚吡啶基 -1,4(2,5- 二羟基) 亚苯基 } 纤维。
69. 权利要求 67 所述的层压体, 其中所述铝合金包括 2024 铝合金。
70. 权利要求 67 所述的层压体, 其中所述铝合金包括 7075 铝合金。
71. 权利要求 67 所述的层压体, 其中所述铝合金包括 7055 铝合金。
72. 权利要求 67 所述的层压体, 其中所述树脂基体包括环氧树脂。
73. 权利要求 67 所述的层压体, 其中所述至少两层金属层构成层压体的不足 40% 的重量。
74. 权利要求 67 所述的层压体, 其中所述至少两层金属层构成层压体的约 10%~50% 的体积。
75. 权利要求 67 所述的层压体, 其中多于 90% 的纤维沿基本相同的方向排列。
76. 权利要求 67 所述的层压体, 其中约 100% 的纤维沿基本相同的方向排列。
77. 权利要求 67 所述的层压体, 其中至少一部分所述纤维彼此成 45° 角排列。
78. 权利要求 67 所述的层压体, 其中至少一部分所述纤维沿多个方向排列。
79. 权利要求 67 所述的层压体, 其中所述至少两层金属层包括 3 至 15 层。
80. 权利要求 67 所述的层压体, 其中所述至少一层聚合物复合层包括 3 至 15 层聚合物复合层。
81. 权利要求 67 所述的层压体, 其中所述至少两层金属层进行表面预处理。
82. 权利要求 81 所述的层压体, 其中所述预处理包括磷酸阳极氧化。
83. 权利要求 81 所述的层压体, 其中所述预处理包括溶胶 - 凝胶表面准备。
84. 权利要求 67 所述的层压体, 其还包括至少一层布置在所述至少两层金属层和所述至少一层聚合物复合层之间的溶胶 - 凝胶相间层。
85. 权利要求 67 所述的层压体, 其还包括至少一层布置在所述至少两层金属层之间的芯层。
86. 权利要求 85 所述的层压体, 其中所述至少一层芯层包括蜂窝状芯。

87. 制造纤维 - 金属层压体的方法, 该方法包括 :

提供多层金属层 ;

将弹性模量大于约 270GPa 的多根聚合物纤维排列成至少一层纤维层 ; 以及

将所述至少一层纤维层夹在所述多层金属层之间 ;

其中所述聚合物纤维包括聚二咪唑并亚毗啶基纤维。

88. 权利要求 87 所述的方法, 其还包括将至少一层高模量纤维层粘接到邻接该高模量纤维层的所述多层金属层上。

89. 权利要求 87 所述的方法, 其还包括对所述多层金属层进行预处理。

90. 权利要求 89 所述的方法, 其中所述预处理包括用溶胶 - 凝胶涂层进行预处理。

91. 权利要求 87 所述的方法, 其中聚二咪唑并亚毗啶基纤维包括聚 {2,6- 二咪唑并 [4,5-b] ,5' -e} 亚毗啶基 -1,4(2,5- 二羟基) 亚苯基 } 纤维。

92. 权利要求 87 所述的方法, 其中所述多层金属层包括铝合金。

93. 权利要求 87 所述的方法, 其中所述多层金属层包括钛合金。

94. 权利要求 87 所述的方法, 其中所述多层金属层包括不锈钢合金。

95. 权利要求 87 所述的方法, 其中所述树脂基体包括环氧树脂。

96. 权利要求 87 所述的方法, 其中所述至少两层金属层构成层压体的不足 40% 的重量。

97. 权利要求 87 所述的层压体, 其中所述至少两层金属层构成层压体的约 10% ~ 50% 的体积。

98. 权利要求 87 所述的方法, 其还包括在所述多层金属箔层之间形成中空芯。

99. 权利要求 98 所述的方法, 其中形成中空芯包括形成蜂窝状芯。

100. 按照以下方法制造的纤维 - 金属层压体, 该方法包括 :

提供多层金属层 ;

将弹性模量大于约 270GPa 的多根聚合物纤维排列成至少一层纤维层 ; 以及

将所述至少一层纤维层夹在所述多层金属层之间 ,

其中所述聚合物纤维包括聚二咪唑并亚毗啶基纤维。

101. 权利要求 100 所述的层压体, 制造该层压体的方法还包括将至少一层高模量纤维层粘接到邻接该高模量纤维层的所述多层金属层上。

102. 权利要求 100 所述的层压体, 制造该层压体的方法还包括对所述多层金属层进行预处理。

103. 权利要求 102 所述的方法, 其中所述预处理包括用溶胶 - 凝胶涂层进行预处理。

铝 - 纤维层压体

技术领域

[0001] 总起来说，本发明涉及复合材料，更具体地说，本发明涉及纤维增强的层压体。

背景技术

[0002] 诸如航空器之类的设备一般使用铝合金作结构材料及表层材料。由于需要减轻航空器的重量，所以在航空器上使用重量轻的复合材料也已很普遍。这种重量轻的复合材料包括纤维金属层压体 (FML)。作为一个例子，利用设置在铝或其他金属层之间的碳纤维和玻璃纤维层，已经开发出来复合铝纤维层压体和其他金属纤维层压体。许多模量较小的纤维不与铝发生原电池反应 (galvanically reactive)。然而，当层压体被反复加载时，低模量纤维如玻璃可能不具有足够高的弹性模量，从而无法承受重大载荷，而不会潜在地作用于铝层过大的应力或者导致铝层疲劳。

[0003] 使用具有高强度特性的纤维，例如高模量纤维是合乎需要的。然而，高模量纤维，例如石墨常与层压体中的金属发生原电池反应。

[0004] 因此，本领域中对具有高弹性模量和低原电池反应性的纤维的纤维金属层压体的需要还未得到解决。

[0005] 发明概述

[0006] 本发明的实施方案提供了一种纤维 - 金属层压体，其中纤维具有高模量和低原电池反应性。有利的是，该纤维 - 金属层压体为铝 - 纤维层压体。本发明的纤维金属层压体具有适当的高强度特性和低原电池反应性，因此很适合用于诸如航空器之类设备的结构材料和表层材料。

[0007] 本发明的例证性实施方案提供一种纤维 - 金属层压体。设置至少两层金属层和在两层金属层之间粘结至少一层纤维层。纤维层合适地包括树脂基体和弹性模量大于约 270GPa 的有机聚合物纤维。

[0008] 根据本发明的另外一些方面，该聚合物纤维可以包括聚二咪唑并亚吡啶基纤维 (poly diimidazo pyridinylene fiber)。根据本发明的其他方面，金属层可以包括预处理过的铝合金层。

附图说明

[0009] 以下参照下列附图，详细描述本发明优选的且替代性的实施方案。

[0010] 图 1 为按照本发明一个实施方案的示例性纤维 - 金属层压体的局部剖视等距视图 (cutaway isometric drawing)；

[0011] 图 2 为按照本发明另一个实施方案的示例性纤维 - 金属层压体的局部剖视等距视图；

[0012] 图 3 为按照本发明又另一个实施方案的示例性纤维 - 金属层压体的局部剖视等距视图；

[0013] 图 4A 为按照本发明再一个实施方案的示例性纤维 - 金属层压体的横截面图；

- [0014] 图 4B 为按照本发明再一个实施方案的示例性纤维 - 金属层压体的横截面图；
[0015] 图 5A 为本发明的具有蜂窝状芯层的示例性纤维 - 金属层压体的等距视图。
[0016] 图 5B 为本发明的蜂窝状芯层的示例性纤维 - 金属层压体航空器机身部分的横截面图；以及
[0017] 图 6 为制造本发明纤维 - 金属层压体的示例性方法的流程图。

发明内容

[0018] 为概观起见，本发明的例证性实施方案提供了一种纤维 - 金属层压体。设置至少两层金属层和在两层金属层之间粘结至少一层纤维层。纤维层合适地包括树脂基体和弹性模量大于约 270GPa 的有机聚合物纤维。

[0019] 根据本发明的另外一些方面，该聚合物纤维可以包括聚二咪唑并亚吡啶基纤维。根据本发明的其他方面，金属层可以包括预处理过的铝合金层。

[0020] 参照图 1，一种示例性、非限制性的纤维 - 金属层压体 10 包括四层金属层 24 以及三层纤维层 20。各纤维层 20 粘接在两层金属层 24 之间。在这个非限制性的例子中，层压体 10 包括七个层。外面两层为金属层 24。然而，应当理解的是，可按特定应用所需，提供任何层数。

[0021] 借助非限制性实例，在本发明的一个优选实施方案中，金属层 24 包括厚约 0.004 英寸和约 0.025 英寸之间的可热处理铝合金箔层。正如下面结合图 4B 另外描述的那样，也可用厚度更大的箔层。金属层 24 可以包括位于金属层 24 内的箔段 (foil section) 25 之间的对接接头 26。纤维层 20 也可适当地包括对接段 (未示出)，以允许视所计划的层压体 10 的应用而定，将层压体 10 制成大型片材。用于金属层 24 的合适铝合金箔包括 2000、5000、6000 和 7000 系列可热处理及不可热处理的铝合金，包括但不限于 2024、7075 和 7055。其他合适的金属箔可以包括钛及高强度不锈钢。

[0022] 对于主要处于拉伸载荷下的结构件和表层来说，金属层 24 和纤维层 20 一起使用允许少用或不用交叉帘布层 (cross-ply)，与单纯的纤维复合的层压体相反。在金属层 24 的平面上，金属层 24 在所有方向上承受大致相等的应力，而纤维 22 在大体平行于纤维 22 的方向上显示的强度比相对于纤维 22 倾斜的方向上显示的强度高得多。层压体 10 中的金属层 24 还增加了导电性、隔潮性、耐候性和耐损坏性的益处。与单独的纤维层 20 相比，各金属层 24 对尖锐物体呈现更大的抵抗性，而且当被其他物体碰撞时，呈现可见的撞击破坏。图 1 中，纤维层 20 中的纤维 22 全都朝同一方向排列。应当理解的是，在需要高抗剪刚度 (shear stiffness) 的部位上，例如飞机机翼和某些机身部位，纤维 22 彼此以任何角度排列，其中包括与初始应力方向成 45° 角。

[0023] 有利的是，纤维层 20 包括模量很高的、不与铝发生原电池反应的聚合物纤维。高模量纤维 22 承受施加于层压体 10 的大部分应力，而将金属层 24 的过应力 (over-stressing) 和疲劳减到最低程度。模量很高的非反应性聚合物纤维可使层压体 10 仅为金属重量的约 10% 至约 40% (metal by weight)。同时，例如对于如结构接头那样对复合载荷 (complex loading) 需要额外的多向应力承载能力的部位，层压体 10 可以是金属体积的 10% 至 50% (metal by volume)。

[0024] 在一个优选实施方案中，纤维层 20 包括固定聚合物纤维 22 的树脂基体 (未示

出)。该树脂基体常为热固性材料;使层压体可遇热固化。借助非限制性实例,示例性树脂基体包括热固性环氧树脂和例如Toray 3900-2、CytecCYCOM 934 和 Hexcel F155 这样的树脂;双马来酰胺类粘合剂如 Cytec5250-4;以及氰酸酯如 Stesalit PN-900。基体树脂通常可热固化。树脂可与纤维 22 一起成型为“预浸渍体”,亦即常包括多层纤维 22 的预组装预浸渍层。多个预浸渍体(未示出)可形成纤维层 20。

[0025] 有利的是,在本发明的一个优选实施方案中,层压体 10 包括模量很高的非反应性聚合物纤维 22,其弹性模量超过约 270GPa。示例性的弹性模量很高的非反应性纤维包括但不限于,聚 2,6-二咪唑并[4,5-b4',5'-e]亚吡啶基-1,4(2,5-二羟基)亚苯基(“PIPD”),例如 Magellan Systems International 制造的 M5 纤维,其弹性模量超过 300GPa。另外一种弹性模量很高的非反应性聚合物为聚(p-亚苯基-2,6-苯并二噁唑)(“PBO”),例如日本大阪 Toyobo 有限公司制造的 Zylon。通常将纤维 22 直线排列组装并嵌入树脂基体至以形成纤维层 20。

[0026] 在目前优选的实施方案中,金属层 24 在层压体 10 组装过程中与纤维层 20 粘接。合适的是,当层压体 10 被组装以及在热固化过程中保持在压力下时,纤维层 20 自身可与金属层 24 粘接。然而,如果需要,纤维层 20 和金属层 24 之间的粘结强度可得以提高,作为非限制性实例,其方法是:对金属层 24 进行预处理,以及在金属层 24 和纤维层 20 之间使用单独的粘合剂。

[0027] 如果需要增大纤维层 20 和金属层 24 之间的粘结强度,则用于增大粘结强度的合适的任选粘合剂包括热固化环氧树脂,例如但不限于 AppliedPoleramic, Inc. 生产的 MSR-355 HSC 及 MSR-351。这些环氧树脂(未示出)用作纤维层 20 和金属层 24 之间的相间粘合剂。

[0028] 可以对金属层 24 本身适当地进行预处理,以提高对纤维层 20 的粘结性,从而提高层压体 10 的强度和耐久性。预处理可以适当地包括多种金属预处理,包括酸或碱蚀刻、变换涂层(conversion coating)、磷酸阳极氧化等等。这些预处理可增加表面粗糙度,从而促进与粘合剂的更强的物理结合,或者可以促进与粘合剂的更强的化学结合。在一个目前优选的实施方案中,可在组装层压体 10 之前使用另外一种在金属层 24 上涂覆溶胶-凝胶涂层(sol-gel coating)的替代性预处理方法。溶胶凝胶法一般使用无机或者有机金属前体来形成无机聚合物溶胶。溶胶-凝胶涂层包括锆-硅酮涂层,例如 Blohowiak 等人的美国专利 US 5,849,110、US 5,869,140 及 US 6,037,060 中所描述的,所有这些专利文件在此一并引入作为参考。当金属层 24 和纤维层 20 粘结在一起时,产生的无机聚合物溶胶涂层可用作金属层 24 和纤维层 20 之间的相间层。预处理还可包括喷砂处理。喷砂处理也可适当地对金属层 24 中的合金进行冷加工处理。另外的示例性预处理可适当地包括热处理和湿珩磨(wet honing)。

[0029] 应当理解的是,层压体 10 中包括金属层 24 可使纤维层 20 中的所有纤维 22 直线排列。通常,在不包括金属层 24 的复合材料中,适用 10% -90° 规则。正如本领域已知的,这意味着复合材料中的约 10% 的纤维与应力主轴成 90° 角取向。10% 的纤维与应力主轴成 90° 角取向,这就防止了复合材料在剪切过程中被粉碎(disintegration)。当金属层 24 与例如高弹性模量非反应性聚合物纤维 22 的纤维层 20 结合时,低达 10% 的纤维可以与初始应力成 90° 角取向。因此,可组装并使用所有纤维 22 在共同方向上有利地直线排列的层

压体 10，不需添加材料和增加包括交叉帘布层的制造步骤。

[0030] 在目前优选的实施方案中，如有要求，可适当地先对金属层 24 进行如上所述的预处理而合适地组装层压体 10。然后，将纤维层 20 设置于金属层 24 之间。粘合剂（未示出）涂在金属层 24 和纤维层 20 之间的各边界上。将所得叠合坯料（stack）置于真空袋中。将该真空袋置入高压釜中。将真空袋抽真空，并对高压釜加压。

[0031] 在适宜活化和固化粘合剂（未示出）和树脂基体（未示出）的温度下，将高压釜加热并保持足够的时间，使层压体 10 固化。应当理解的是，高压釜的温度和保持时间相应于适于固化粘合剂（未示出）和树脂基体（未示出）的温度和保持时间。在一个示例性实施方案中，使用 350 °F 固化的树脂 Toray 3900-2 作为树脂基体（未示出），将高压釜加热至约 350 °F 并在此温度下保持约 120 分钟。热固化树脂粘合剂和基体树脂的一般固化温度包括在 250 °F 至 350 °F ± 10 °F 之间固化约两小时。应当理解的是，粘合剂（未示出）在基体树脂（未示出）中的热固化也可有利地对金属层 24 同时进行热处理或者热老化。

[0032] 还需理解的是，成型过程中，层压体 10 可在模具中成型，或者在固化之前形成复杂的形状。这可使层压体 10 成形并固化成为弯曲或者分段（segmented）形状，例如下面结合图 5B 所述的弧形截面。

[0033] 转到图 2，图中示出另外一种示例性层压体 40 的局部剖视等轴视图。与层压体 10（图 1）相似，层压体 40 包括四层金属层 54 和夹在各金属层 54 之间的三层纤维层 50。然而，应当理解的是，可按特定应用场合所需，提供任何层数。金属层 54 用金属层 54 内部的具有对接接头 56 的金属箔来组装。这种层压体 40 的金属层 54、纤维层 50、基体树脂（未示出）、粘合剂（未示出）以及组装和固化的方法适当地为如上针对层压体 10（图 1）所描述的。然而，在此示例性实施方案中，纤维层 50 中的纤维 51 并不像层压体 10（图 1）那样全都在一个共同的方向上排列。而是，两个纤维层 50 中的纤维 51 直线排列，而第三纤维层 50 中的纤维 51 则与其他两层纤维层 50 的方向成 90° 取向。因此，层压体 40 比层压体 10（图 1）具有更大的多向强度，代价是在两层直线排列的纤维层 50 中的纤维 51 直线排列的方向上的强度有所降低。正如所指出的那样，层压体 40 还可包括那些适合使用层压体 40 的场合的、在任何方向组合上（in any combination of directions）直线排列的纤维。

[0034] 应当理解的是，多个纤维层 50 可置于两层金属层 54 之间，由此提高纤维层 50 对金属层 54 之比。现在再参照图 3，一种示例性层压体 60 包括两层金属层 74。三层纤维层 70、71 和 72 夹在两层金属层 70 之间。在该实施方案中，这三层纤维层包括纤维 75 在第一方向上取向的两层第一纤维层 70 和 72，以及介于两层第一纤维层 70 和 72 之间、其纤维与第一层 70 和 72 中的纤维 75 的方向成 90° 角取向的第二纤维层 71。应当理解的是，多个纤维层可组装一起，并夹在各种数目的金属层 74 之间，金属层数目取决于将会施加在使用层压体 60 的组件上的应力。图 3 中，材料和组装方法还适当地为参照图 1 所描述的那样。

[0035] 现在来参照图 4a，本发明的另外一种示例性层压体 80 包括四层金属层 94。在该实施方案中，借助非限制性实例，每对金属层 94 之间是多叠（multi-tier）纤维层 92。每个多叠纤维层 92 包括四叠或四层全都直线排列的纤维 93。因而，产生的层压体 80 包括十二叠纤维 93 和四层金属层 94。用于层压体 80 的材料和组装方法适当地为参照图 1 所描述的。

[0036] 就某些应用而言,层压体中的一个或多个金属层比其他各层厚可能是有利的。图 4B 中,另一种示例性层压体 81 除该层压体 81 包括厚于其他金属层 94 的最外金属层 95 外,与图 4A 中的层压体 80 相似。借助非限制性实例,当金属层结合在层压体 81 外侧时,较厚的金属层可提供附加的避雷保护 (lightning protection),可为着陆紧固件 (landing fasteners)、托架 (brackets) 或者其他连接体 (connections) 提供额外的厚度,或者可提供附加的厚度以便进行随后的化学铣削 (chemical milling),从而形成更复杂的表面构型和厚度。

[0037] 应当理解的是,可将中空芯层引入到高模量纤维 - 金属层压体中。再来参照图 5A,一种示例性中空芯层压体 110 包括夹在两层纤维金属复合层 120 之间的蜂窝状芯层 122,例如上面针对图 1 到图 4 所描述的。示例性层压体 110 中的中空芯层 122 为六角形蜂房式 (celled) 蜂窝层 122,但不限于此。这种蜂窝包括 Hexcel 公司制造的铝蜂窝。应当理解的是,将中空芯 122 引入到纤维 - 金属层压体 110 中能增加层压体 110 的刚度。

[0038] 本发明的高模量纤维层压体可有利地引入到飞机部件中。再来参照图 5B,在机身表层部分 130 中引入本发明的示例性层压体。按特定应用所需,机身部分 130 成形为圆柱形或者圆锥形的形状(图中以二维剖面图示出)。在这个示例性实施方案中,该机身部分 130 包括夹在高模量纤维层 140 和金属层 144 之间的中空芯层 152,它们全部被组装并固化成预成型的机身部分 130。在这个示例性实施方案中,在中空芯层 152 的每一个侧面上都有多层的纤维 - 金属层压体组件 156。每个组件 156 包括三层由对接铝合金箔构成的金属层 144 和两层纤维层 140。纤维层 140 夹在所述金属层 144 之间。机身部分 130 用上面针对图 1 所描述的材料和方式来组装。因而,得到的机身部分 130 包括(从外到里)金属层 144、纤维层 140、金属层 144、纤维层 140、金属层 144、中空芯层 152、金属层 144、纤维层 140、金属层 144、纤维层 140 以及最后的金属层 144。如上所述,应当理解的是,机身部分 130 外侧和内侧具有金属层 144 适当地增大了组件的防潮、耐损及耐候性。

[0039] 转到图 6,组装本发明纤维 - 金属层压体的示例性方法 200 从方框 210 开始,该步骤是对金属箔层进行预处理。方框 210 处进行的预处理包括例如涂覆溶胶 - 凝胶的预处理,如上面关于图 1 所描述的。对金属箔进行预处理后,在方框 220 处,将粘合剂涂到将在金属层和纤维层之间形成接合 (junction) 的部位。在方框 230 处,将纤维层夹入各金属层之间,从而制造层压体组件。在方框 240 处,以上面关于图 1 所描述的方式对层压体进行固化。固化通常包括热固化。这样,高模量纤维层就粘接到金属层上,由此形成本发明的纤维 - 金属层压体。

[0040] 正如所指出的那样,尽管已经举例说明并描述了本发明的优选实施方案,但是仍可在不背离本发明的精神和范围的前提下进行许多变化。因此,本发明的范围不为优选实施方案的公开内容所局限。而是,本发明的范围应该完全由权利要求书来确定。

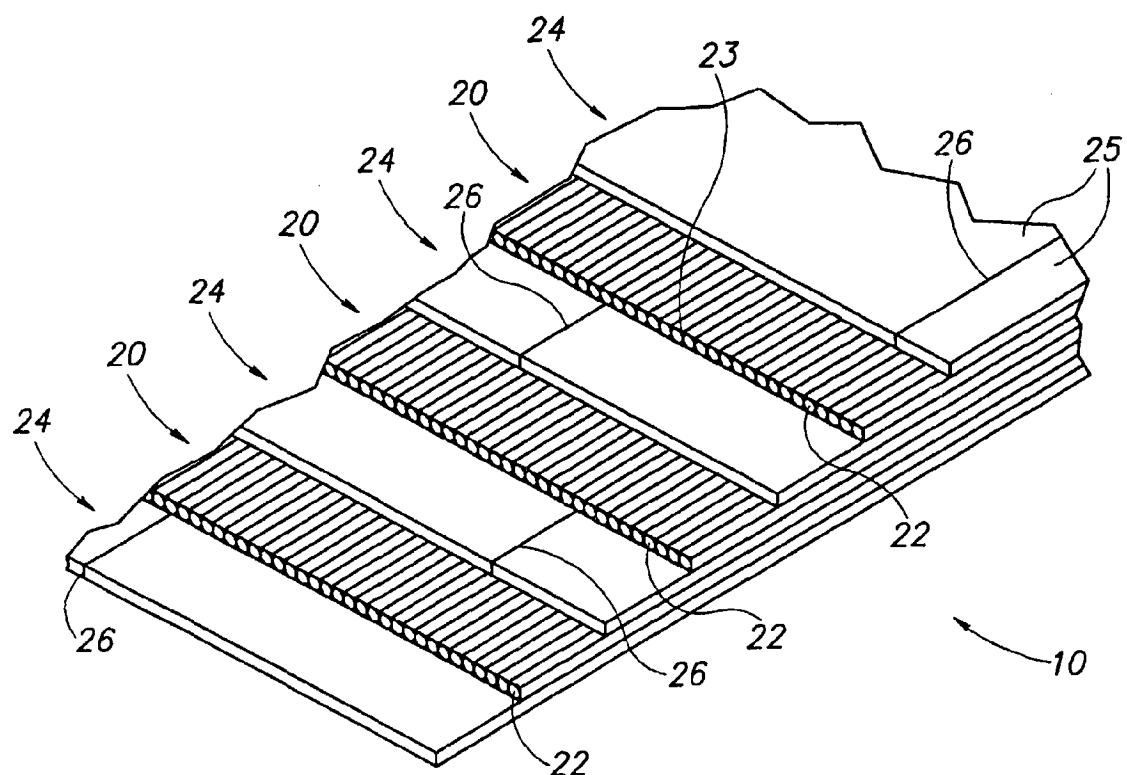


图 1

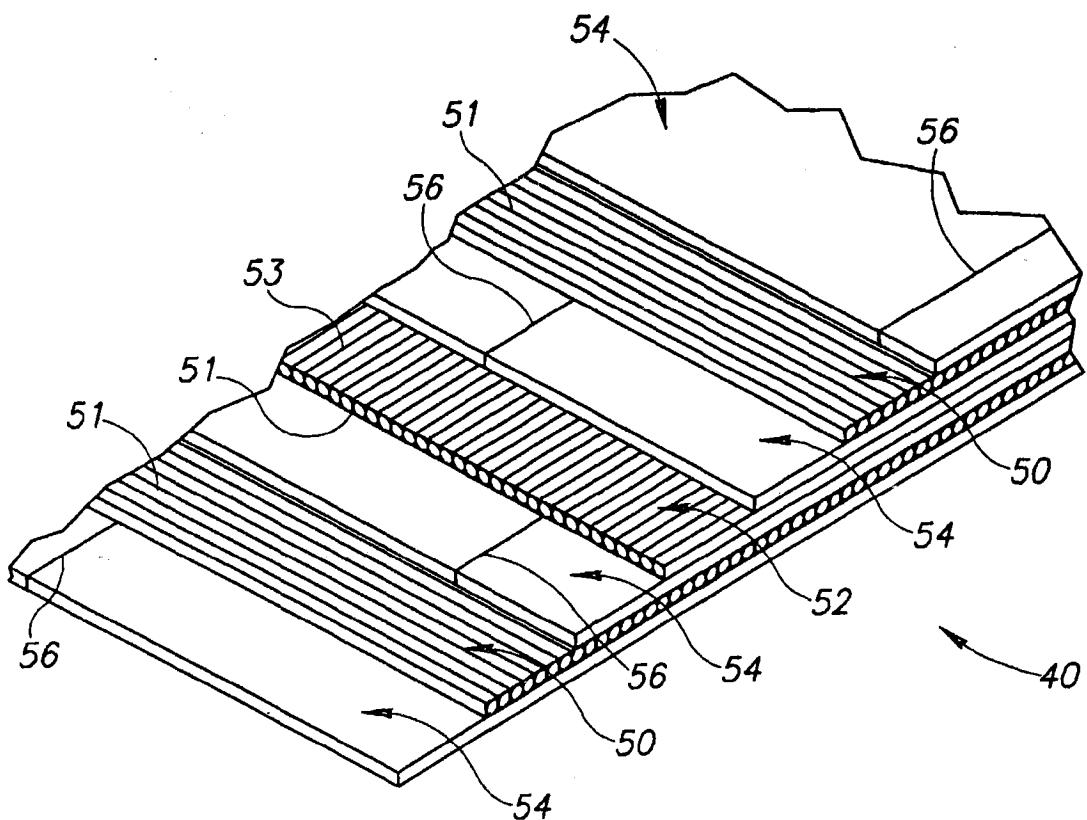


图 2

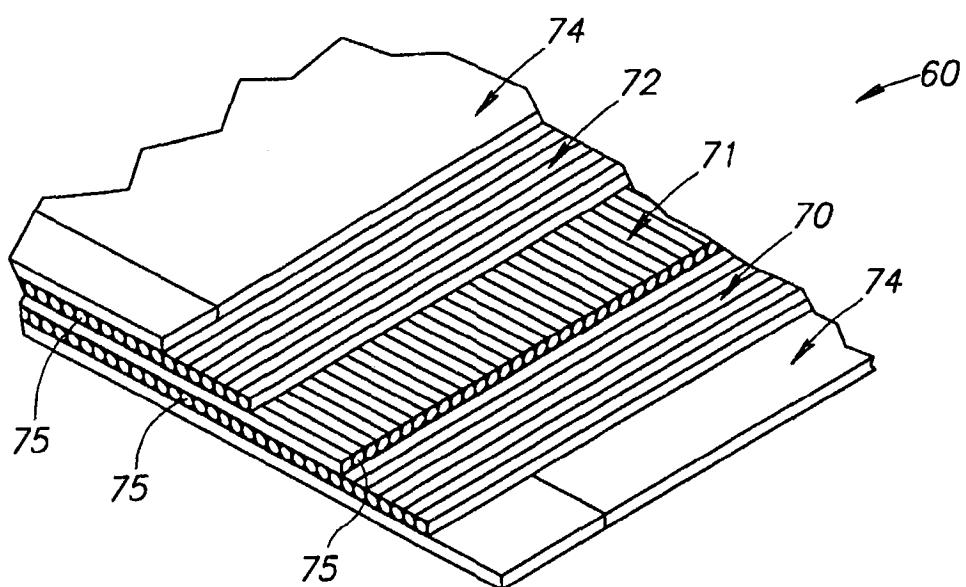


图 3

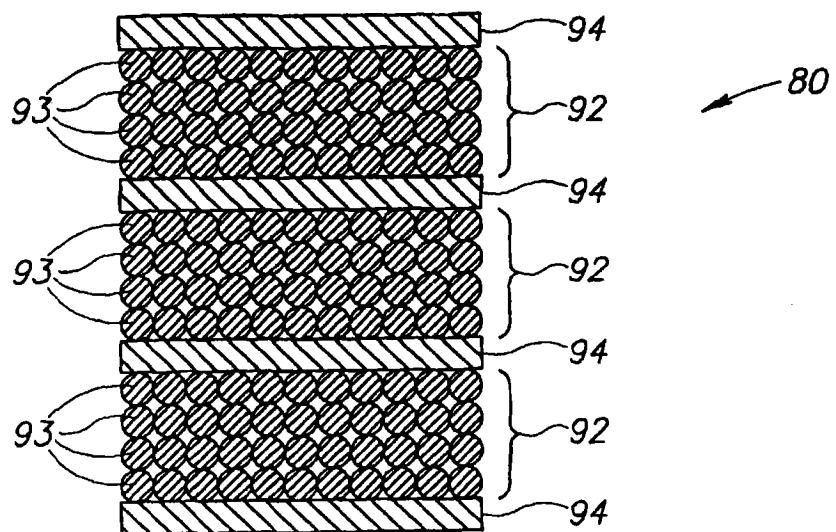


图 4A

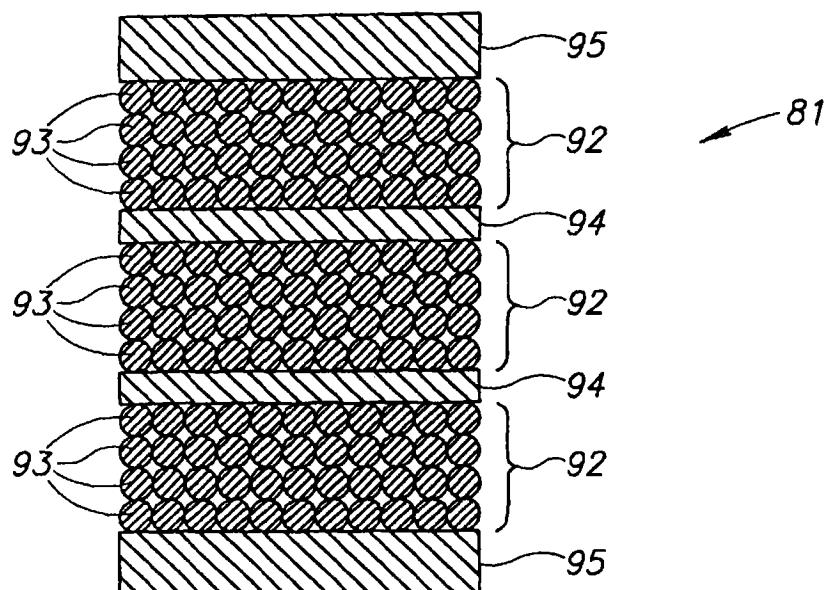


图 4B

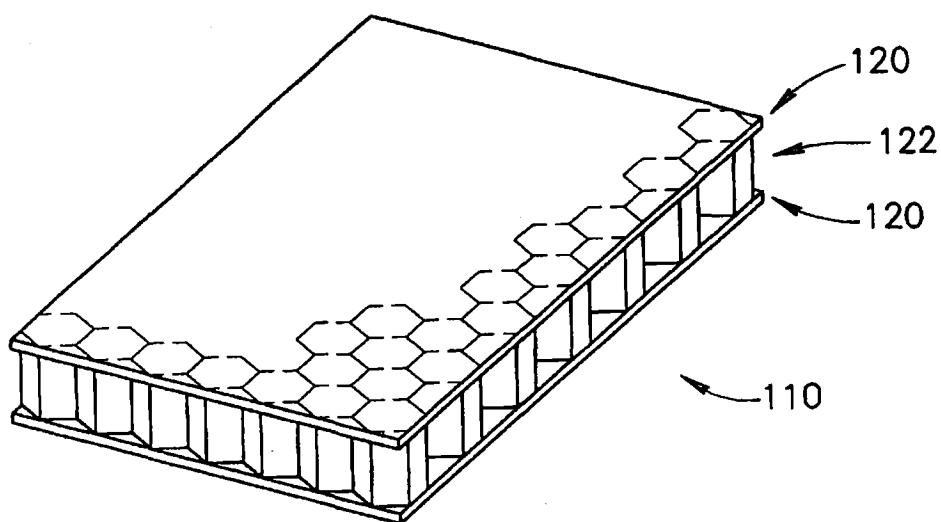


图 5A

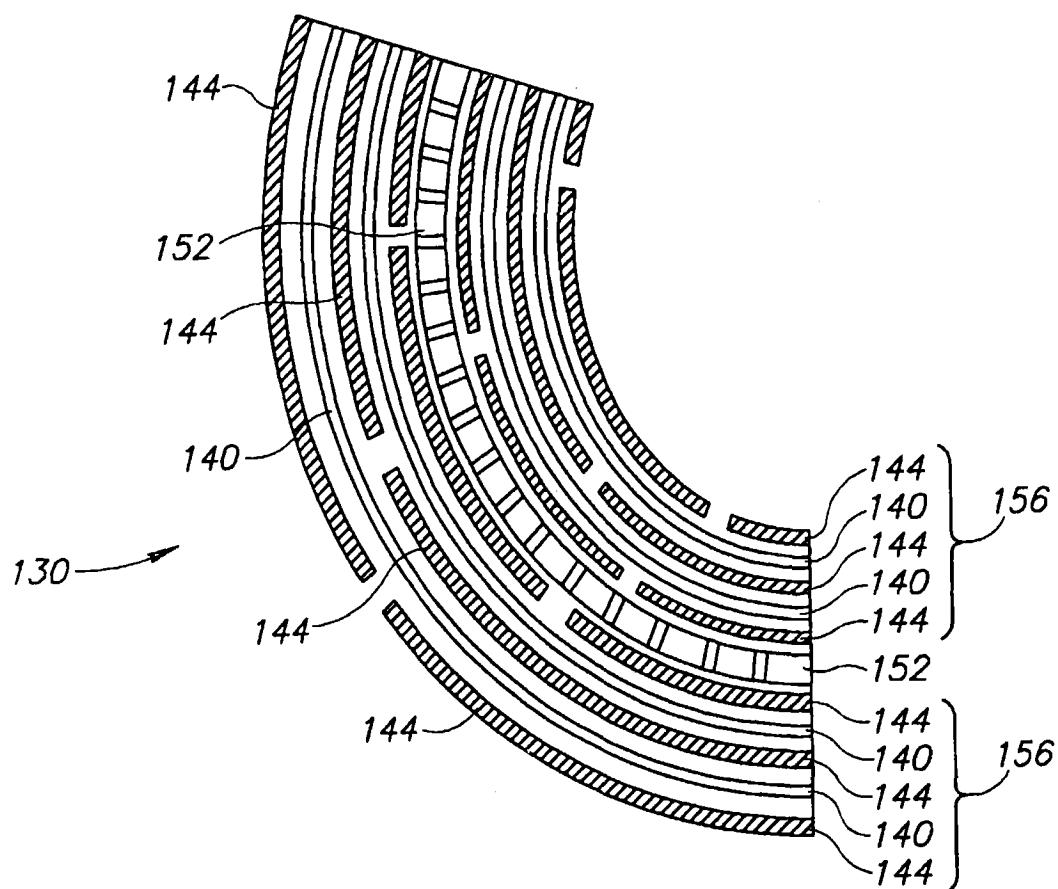


图 5B

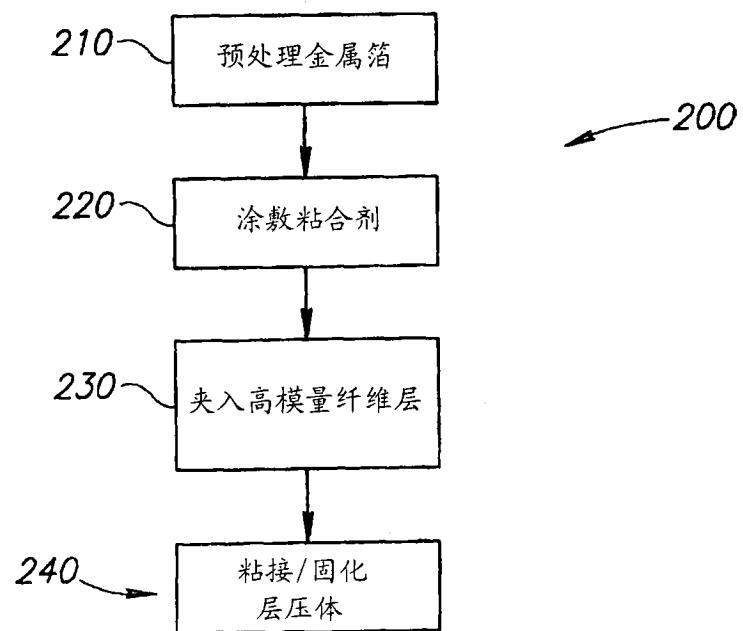


图 6

RESUMO CN1950200B 11 Um laminado de metal de fibra exemplar inclui pelo menos duas camadas metálicas e pelo menos uma camada de fibra ligada entre as duas camadas metálicas. A camada de fibra inclui uma matriz de resina e fibra polimérica orgânica com um módulo de elasticidade superior a cerca de 270 GPa. As fibras poliméricas podem incluir fibras polidiimidazo piridinileno. As camadas metálicas podem incluir camadas de liga de alumínio pré-tratadas.

CLAIMS CN1950200B

1.

13 A fiber-metal laminate comprising: at least two metal layers; and at least one fiber layer disposed between the at least two metal layers, the at least one fiber layer including a resin matrix and an elastic modulus greater than about 270GPa organic polymer fiber, wherein the polymer fiber includes polydiimidazopyridylene fiber.

2.

19 The laminate of claim 1, wherein the at least one fiber layer is bonded to the at least two metal layers.

3.

23 The laminate of claim 1, wherein the polymer fiber does not galvanically react with the metal layer.

4.

27 The laminate of claim 1, wherein the polydiimidazopyridylene fiber comprises poly{2,6-diimidazo[4,5b4',5'-e]pyridinylene-1,4(2,5-Dihydroxy) phenylene} fiber.

5.

32 The laminate of claim 1, wherein the at least two layers include an aluminum alloy.

6.

36 The laminate of claim 5, wherein the aluminum alloy includes a heat-treatable aluminum alloy.

05-08-2020 1

7.

40 The laminate of claim 5, wherein the aluminum alloy includes 2024 aluminum alloy.

8.

44 The laminate of claim 5, wherein the aluminum alloy includes 7075 aluminum alloy.

9.

48 The laminate of claim 5, wherein the aluminum alloy includes a 7055 aluminum alloy.

10.

52 The laminate of claim 5, wherein the aluminum alloy includes a 2000 series aluminum alloy.

11.

56 The laminate of claim 5, wherein the aluminum alloy includes a 7000 series aluminum alloy.

12.

60 The laminate of claim 5, wherein the aluminum alloy includes a 5000 series aluminum alloy.

13.

64 The laminate of claim 5, wherein the aluminum alloy includes a 6000 series aluminum alloy.

14.

68 The laminate of claim 1, wherein the at least two layers include a titanium alloy.

15.

72 The laminate of claim 1, wherein the at least two layers include a stainless steel alloy.

16.

76 The laminate of claim 1, wherein the resin matrix includes epoxy resin.

17.

05-08-2020 2

80 The laminate of claim 1, wherein the resin matrix includes a thermosetting material.

18.

84 The laminate of claim 1, wherein the at least two metal layers constitute less than 40% of the weight of the laminate.

19.

89 The laminate of claim 1, wherein the at least two metal layers constitute about 10% to 50% of the volume of the laminate.

20.

94 The laminate of claim 1, wherein at least a portion of the fibers are arranged in substantially the same direction.

21.

98 The laminate of claim 20, wherein more than 90% of the fibers are aligned in substantially the same direction.

22.

102 The laminate of claim 20, wherein about 100% of the fibers are aligned in substantially the same direction.

23.

106 The laminate according to claim 1, wherein at least a part of the fibers are arranged at an angle of 45° to each other.

24.

111 The laminate of claim 1, wherein the at least a portion of the fibers are arranged in multiple directions.

25.

115 The laminate of claim 1, wherein the fibers comprise continuous fibers.

26.

119 The laminate of claim 1, wherein the at least two metal layers include 3 to 15 layers.

05-08-2020 3

27.

123 The laminate of claim 1, wherein the at least one fiber layer includes 3 to 15 layers of fibers.

28.

127 The laminate of claim 1, wherein each of the at least two metal layers has a thickness of about 0.004 inches to about 0.025 inches.

29.

132 The laminate of claim 1, wherein the at least two metal layers are subjected to surface pretreatment.

30.

136 The laminate of claim 29, wherein the pretreatment includes phosphoric acid anodization.

31.

140 The laminate of claim 29, wherein the pretreatment includes coating the at least two metal layers with an interphase layer.

32.

145 The laminate of claim 31, wherein the pretreatment includes sol-gel surface preparation.

33.

149 The laminate of claim 2, wherein the at least one fiber layer is bonded with an adhesive.

34.

153 The laminate of claim 33, wherein the adhesive comprises an epoxy adhesive.

35.

157 The laminate of claim 1, further comprising at least one core layer arranged between the at least two metal layers.

36.

162 The laminate of claim 35, wherein the core layer includes a honeycomb core.

05-08-2020 4

37.

166 The laminate of claim 36, wherein the honeycomb core comprises a hexagonal honeycomb core.

38.

170 A fiber-metal laminate comprising: at least two aluminum alloy layers; and at least one resin-fiber layer bonded between the at least two aluminum alloy layers, the resin-fiber layer including resin Matrix and polydiimidazopyridylene fiber.

39.

176 The laminate of claim 38, wherein the polydiimidazopyridylene fiber comprises poly{2,6-diimidazo[4,5b4',5'-e]pyridylene-1,4(2,5-Dihydroxy) phenylene} fiber.

40.

181 The laminate of claim 38, wherein the aluminum alloy includes a heat-treatable aluminum alloy.

41.

185 The laminate of claim 40, wherein the aluminum alloy includes 2024 aluminum alloy.

42.

189 The laminate of claim 40, wherein the aluminum alloy includes 7075 aluminum alloy.

43.

193 The laminate of claim 40, wherein the aluminum alloy includes a 7055 aluminum alloy.

44.

197 The laminate of claim 40, wherein the aluminum alloy includes a 2000 series aluminum alloy.

45.

201 The laminate of claim 40, wherein the aluminum alloy includes a 7000 series aluminum alloy.

46.

205 The laminate of claim 40, wherein the aluminum alloy includes a 5000 series aluminum alloy.

05-08-2020 5

47.

209 The laminate of claim 40, wherein the aluminum alloy includes a 6000 series aluminum alloy.

48.

213 The laminate of claim 38, wherein the at least one resin-fiber layer is bonded between the at least two layers with an adhesive.

49.

218 The laminate of claim 38, wherein the resin matrix comprises epoxy resin.

50.

222 The laminate of claim 38, wherein the resin matrix includes a thermosetting material.

51.

226 The laminate of claim 38, wherein the at least two metal layers constitute less than 40% of the weight of the laminate.

52.

231 The laminate of claim 38, wherein the at least two metal layers constitute about 10% to 50% by volume of the laminate.

53.

236 The laminate of claim 38, wherein more than about 90% of the fibers are aligned in substantially the same direction.

54.

241 The laminate of claim 53, wherein about 100% of the fibers are aligned in substantially the same direction.

55.

245 The laminate of claim 38, wherein at least a portion of the fibers are arranged at an angle of 45° to each other.

05-08-2020 6

56.

249 The laminate of claim 38, wherein at least a portion of the fibers are arranged in multiple directions.

57.

253 The laminate of claim 38, wherein the at least two metal layers include 3 to 15 metal layers.

58.

257 The laminate of claim 38, wherein the at least one fiber layer includes 3 to 15 polymer fiber reinforcement layers.

59.

262 The laminate of claim 38, wherein each of the at least two metal layers has a thickness of about 0.004 inches to about 0.025 inches.

60.

267 The laminate of claim 38, wherein the at least two metal layers are subjected to surface pretreatment.

61.

271 The laminate of claim 60, wherein the pretreatment includes phosphoric acid anodization.

62.

275 The laminate of claim 60, wherein the pretreatment includes sol-gel surface preparation.

63.

279 The laminate of claim 60, wherein the pretreatment includes coating the at least two metal layers with an interphase layer.

64.

284 The laminate of claim 38, further comprising at least one hollow core layer arranged between the at least two metal layers.

65.

289 The laminate of claim 64, wherein the hollow core layer includes a honeycomb core.

05-08-2020 7

66.

293 The laminate of claim 65, wherein the honeycomb core comprises a hexagonal honeycomb core.

67.

297 An aircraft composite component, which includes: at least two aluminum alloy foil layers with a thickness of about 0.004 inches to about 0.025 inches; and at least one polymer composite layer bonded between at least two foil layers, The composite layer includes a resin matrix and linearly arranged polydiimidazopyridylene fibers.

68.

304 The laminate of claim 67, wherein the polydiimidazopyridylene fiber comprises poly{2,6-diimidazo[4,5b4',5'-e]pyridinylene-1,4(2,5-Dihydroxy) phenylene} fiber.

69.

309 The laminate of claim 67, wherein the aluminum alloy includes 2024 aluminum alloy.

70.

313 The laminate of claim 67, wherein the aluminum alloy includes 7075 aluminum alloy.

71.

317 The laminate of claim 67, wherein the aluminum alloy includes a 7055 aluminum alloy.

72.

321 The laminate of claim 67, wherein the resin matrix comprises epoxy resin.

73.

325 The laminate of claim 67, wherein the at least two metal layers constitute less than 40% of the weight of the laminate.

74.

330 The laminate of claim 67, wherein the at least two metal layers constitute about 10% to 50% of the volume of the laminate.

05-08-2020 8

75.

335 The laminate of claim 67, wherein more than 90% of the fibers are aligned in substantially the same direction.

76.

339 The laminate of claim 67, wherein about 100% of the fibers are aligned in substantially the same direction.

77.

343 The laminate of claim 67, wherein at least a part of the fibers are arranged at an angle of 45° to each other.

78.

347 The laminate of claim 67, wherein at least a part of the fibers are arranged in multiple directions.

79.

351 The laminate of claim 67, wherein the at least two metal layers include 3 to 15 layers.

80.

355 The laminate of claim 67, wherein the at least one polymer composite layer includes 3 to 15 polymer composite layers.

81.

360 The laminate of claim 67, wherein the at least two metal layers are subjected to surface pretreatment.

82.

364 The laminate of claim 81, wherein the pretreatment includes phosphoric acid anodization.

83.

368 The laminate of claim 81, wherein the pretreatment includes sol-gel surface preparation.

84.

372 The laminate of claim 67, further comprising at least one sol-gel interphase layer disposed between the at least two metal layers and the at least one polymer composite layer.

05-08-2020 9

85.

377 The laminate of claim 67, further comprising at least one core layer arranged between the at least two metal layers.

86.

382 The laminate of claim 85, wherein the at least one core layer includes a honeycomb core.

87.

386 A method of manufacturing a fiber-metal laminate, the method comprising: providing multiple metal layers; arranging a plurality of polymer fibers having an elastic modulus greater than about 270 GPa into at least one fiber layer; and arranging the at least one fiber layer Sandwiched between the multiple metal layers; wherein the polymer fiber includes polydiimidazopyridylene fiber.

88.

393 The method of claim 87, further comprising bonding at least one high modulus fiber layer to the multilayer metal layer adjacent to the high modulus fiber layer.

89.

398 The method of claim 87, further comprising pre-treating the multilayer metal layer.

90.

402 89. The method of claim 89, wherein the pretreatment comprises pretreatment with a sol-gel coating.

91.

406 The method of claim 87, wherein the polydiimidazopyridylene fiber comprises poly{2,6-diimidazo[4,5b4',5'-e]pyridinylene-1,4(2, 5-Dihydroxy) phenylene} fiber.

92.

411 The method of claim 87, wherein the multilayer metal layer includes an aluminum alloy.

93.

415 The method of claim 87, wherein the multilayer metal layer comprises a titanium alloy.

05-08-2020 10

94.

419 The method of claim 87, wherein the multilayer metal layer comprises a stainless steel alloy.

95.

423 The method of claim 87, wherein the resin matrix comprises epoxy resin.

96.

427 The method of claim 87, wherein the at least two metal layers constitute less than 40% of the weight of the laminate.

97.

432 The laminate of claim 87, wherein the at least two metal layers constitute about 10% to 50% of the volume of the laminate.

98.

437 The method of claim 87, further comprising forming a hollow core between the multilayer metal foil layers.

99.

441 The method of claim 98, wherein forming the hollow core includes forming a honeycomb core.

100.

445 A fiber-metal laminate manufactured according to the following method, the method comprising: providing multiple metal layers; arranging a plurality of polymer fibers having an elastic modulus greater than about 270 GPa into at least one fiber layer; and arranging the at least one layer The fiber layer is sandwiched between the multiple metal layers, wherein the polymer fiber includes polydiimidazopyridylidene fiber.

101.

452 The laminate of claim 100, the method of manufacturing the laminate further comprising bonding at least one high modulus fiber layer to the multilayer metal layer adjacent to the high modulus fiber layer.

102.

457 The laminate of claim 100, the method of manufacturing the laminate further comprising pre-treating the

05-08-2020 11

multilayer metal layer.

103.

462 The method of claim 102, wherein the pretreatment comprises pretreatment with a sol-gel coating.

05-08-2020 12

DESCRIPTION CN1950200B

10 Abstract An exemplary fiber-metal laminate includes at least two metal layers and at least one fiber layer bonded between the two metal layers. The fiber layer includes a resin matrix and organic polymer fibers with an elasticity greater than about 270 GPa. The polymer fibers

may include polydiimidazopyridylene fibers. The metal layer may include a pre-treated aluminum alloy layer.

14 Aluminum-fiber laminate

15 Technical field

16 In summary, the present invention relates to composite materials, and more specifically, the present invention relates to fiber-reinforced laminates.

18 Background technique

19 Equipment such as aircraft generally use aluminum alloy as structural material and surface material. Due to the need to reduce the weight of aircraft, the use of lightweight composite materials on aircraft has also become common. Such lightweight composite materials include fiber metal laminates (FML). As an example, composite aluminum fiber laminates and other metal fiber laminates have been developed using carbon fiber and glass fiber layers disposed between aluminum or other metal layers. Many fibers with a smaller modulus do not galvanically react with aluminum. However, when the laminate is repeatedly loaded, low modulus fibers such as glass may not have sufficiently high elasticity to withstand heavy loads, and will not potentially act on the aluminum layer or cause excessive stress. fatigue.

27 It is desirable to use fibers with high strength characteristics, such as high modulus fibers. However, high modulus fibers, such as graphite, often undergo galvanic reaction with the metal in the laminate.

29 Therefore, the need in the art for fiber-metal laminates of fibers with high elastic modulus and low galvanic reactivity has not been solved.

31 Summary of the invention

32 The embodiment of the present invention provides a fiber-metal laminate in which the fiber has a high modulus and low galvanic reactivity. Advantageously, the fiber-metal laminate is an aluminum-fiber laminate. The fiber-metal laminate of the present invention has suitable high-strength characteristics and low galvanic cell reactivity, and is therefore very suitable for structural materials and surface materials of equipment such as aircraft.

37 An illustrative embodiment of the present invention provides a fiber-metal laminate. At least two metal layers

05-08-2020 1

are provided and at least one fiber layer is bonded between the two metal layers. The fiber layer suitably includes a resin matrix and organic polymer fibers having an elastic modulus greater than about 270 GPa.

40 According to other aspects of the present invention, the polymer fiber may include polydiimidazo pyridinylene fiber. According to other aspects of the present invention, the metal layer may include a pretreated aluminum alloy layer.

43 Description of the drawings

44 The preferred and alternative embodiments of the present invention will be described in detail below with reference to the following drawings.

46 Fig. 1 is a cutaway isometric drawing of an exemplary fiber-metal laminate according to an embodiment of the present invention;

48 Figure 2 is a partial cutaway isometric view of an exemplary fiber-metal laminate according to another embodiment of the present invention;

50 Figure 3 is a partial cutaway isometric view of an exemplary fiber-metal laminate according to yet another embodiment of the present invention;

52 Figure 4A is a cross-sectional view of an exemplary fiber-metal laminate according to still another embodiment of the present invention;

54 4B is a cross-sectional view of an exemplary fiber-metal laminate according to still another embodiment of the present invention;

56 Figure 5A is an isometric view of an exemplary fiber-metal laminate with a honeycomb core layer of the present invention.

58 Figure 5B is a cross-sectional view of an exemplary fiber-metal laminate aircraft fuselage portion of the honeycomb core layer of the present invention; and

60 Fig. 6 is a flowchart of an exemplary method of manufacturing the fiber-metal laminate of the present invention.

62 Summary of the invention

63 For the sake of overview, the illustrative embodiment of the present invention provides a fiber-metal laminate. At least two metal layers are provided and at least one fiber layer is bonded between the two metal layers. The fiber layer suitably includes a resin matrix and organic polymer fibers having an elastic modulus greater than about 270 GPa.

67 According to other aspects of the present invention, the polymer fiber may include polydiimidazopyridylene fiber. According to other aspects of the present invention, the metal layer may include a pre-treated aluminum alloy layer.

70 1, an exemplary, non-limiting fiber-metal laminate 10 includes four metal layers 24 and three fiber layers 20. Each fiber layer 20 is bonded between two metal layers 24. In this non-limiting example, the laminate 10 includes seven layers. The two outer layers are metal layers 24. However, it should be understood that any number of layers can be provided as required by a particular application.

74 By way of non-limiting example, in a preferred embodiment of the present invention, the metal layer 24 includes a heat-treatable aluminum alloy foil layer having a thickness between about 0.004 inches and about 0.025 inches. As described separately below in conjunction with FIG. 4B, a thicker foil layer can also be used. The metal layer 24 may include a butt joint 26

between foil sections 25 within the metal layer 24. The fibrous layer 20 may also include a butting section (not shown) as appropriate to allow the laminate 10 to be made into a large sheet depending on the intended application of the laminate 10. Suitable aluminum alloy foils for the

05-08-2020 2

metal layer 24 include 2000, 5000, 6000, and 7000 series of heat-treatable and non-heat-treatable aluminum alloys, including but not limited to 2024, 7075, and 7055. Other suitable metal foils can include titanium and high-strength stainless steel.

83 For structural members and skins that are mainly under tensile load, the use of the metal layer 24 and the fiber layer 20 together allows the use of cross-ply with little or no cross-ply, as opposed to a pure fiber composite laminate. On the plane of the metal layer 24, the metal layer 24 bears approximately equal stress in all directions, and the fiber 22 exhibits a higher strength in a direction generally parallel to the fiber 22 than in a direction inclined to the fiber 22 many. The metal layer 24 in the laminate 10 also increases the benefits of conductivity, moisture barrier, weather resistance, and damage resistance. Compared with the fiber layer 20 alone, each metal layer 24 exhibits greater resistance to sharp objects, and when hit by other objects, it exhibits visible impact damage. In FIG. 1, the fibers 22 in the fiber layer 20 are all aligned in the same direction. It should be understood that, on parts requiring high shear stiffness, such as aircraft wings and certain fuselage parts, the fibers 22 are arranged at any angle to each other, including an angle of 45° to the initial stress direction.

94 Advantageously, the fiber layer 20 includes polymer fibers with a high modulus that are not galvanically reacted with aluminum. The high modulus fiber 22 bears most of the stress applied to the laminate 10, while minimizing over-stressing and fatigue of the metal layer 24. The non-reactive polymer fiber with high modulus can make the laminate 10 only about 10% to about 40% of the metal by weight (metal by weight). At the same time, for example, for parts requiring additional multi-directional stress bearing capacity for complex loading, such as structural joints, the laminate 10 may be 10% to 50% of the metal by volume.

100 In a preferred embodiment, the fiber layer 20 includes a resin matrix (not shown) that fixes the polymer fibers 22. The resin matrix is often a thermosetting material; the laminate can be cured by heat. By way of nonlimiting examples, exemplary resin matrices include thermosetting epoxy resins and resins such as Toray 3900-2, CytecCYCOM 934, and Hexcel F155; bismaleamide-based adhesives such as Cytec 5250-4; and cyanate esters such as Stesalit PN-900. The matrix resin is usually heat-curable. The resin can be formed with the fibers 22 into a "prepreg", that is, a pre-assembled prepreg layer that often includes multiple layers of fibers 22. A plurality of preps (not shown) may form the fiber layer 20.

107 Advantageously, in a preferred embodiment of the present invention, the laminate 10 includes a very high modulus non-reactive polymer fiber 22 with an elastic modulus exceeding about 270 GPa. Exemplary nonreactive fibers with high elastic modulus include, but are not limited to, poly 2,6-diimidazo[4,5-b4',5'e]pyridinylene-1,4(2,5 -Dihydroxy)phenylene ("PIPD"), such as M5 fiber manufactured by Magellan Systems International, with an elastic modulus exceeding 300 GPa. Another non-reactive polymer with a high elastic modulus is poly(p-

phenylene-2,6-benzobisoxazole) ("PBO"), such as Zylon manufactured by Toyobo Co., Ltd. in Osaka, Japan. Generally, the fibers 22 are assembled in a straight line and embedded in a resin matrix to form the fiber layer 20.

115 In the presently preferred embodiment, the metal layer 24 is bonded to the fiber layer 20 during the assembly process of the laminate 10. Suitably, when the laminate 10 is assembled and kept under pressure during the thermal curing process, the fiber layer 20 itself can be bonded to the metal layer 24. However, if necessary, the bond strength between the fiber layer 20 and the metal layer 24 can be improved. As a non-limiting example, the method is: pretreatment of the metal layer 24, and between the metal layer 24 and the fiber layer 20 Use separate adhesives between.

121 If it is necessary to increase the bond strength between the fiber layer 20 and the metal layer 24, suitable

05-08-2020 3

optional adhesives for increasing the bond strength include thermosetting epoxy resins, such as but not limited to AppliedPoleramic, Inc. Produced MSR-355 HSC and MSR-351. These epoxy resins (not shown) are used as an interphase adhesive between the fiber layer 20 and the metal layer 24.

125 The metal layer 24 itself may be appropriately pretreated to improve the adhesion to the fiber layer 20, thereby improving the strength and durability of the laminate 10. The pretreatment may appropriately include various metal pretreatments, including acid or alkali etching, conversion coating, phosphoric acid anodization, and the like. These pre-treatments can increase the surface roughness, thereby promoting a stronger physical bond with the adhesive, or can promote a stronger chemical bond with the adhesive. In a currently preferred embodiment, another alternative pretreatment method of coating the metal layer 24 with a sol-gel coating (sol-gel coating) can be used before assembling the laminate 10. The sol-gel method generally uses inorganic or organic metal precursors to form an inorganic polymer sol. Sol-gel coatings include zirconium-silicone coatings, such as those described in US patents US 5,849,110, US 5,869,140, and US 6,037,060 of Blohowiak et al., all of these patent documents are incorporated herein by reference. When the metal layer 24 and the fiber layer 20 are bonded together, the resulting inorganic polymer sol coating can be used as an interphase layer between the metal layer 24 and the fiber layer 20. Pretreatment may also include sandblasting. The sandblasting treatment can also appropriately cold-work the alloy in the metal layer 24. Additional exemplary pretreatments may appropriately include heat treatment and wet honing.

139 It should be understood that the inclusion of the metal layer 24 in the laminate 10 allows all the fibers 22 in the fiber layer 20 to be arranged in a straight line. Generally, in composite materials that do not include the metal layer 24, the 10%-90° rule applies. As known in the art, this means that about 10% of the fibers in the composite material are oriented at a 90° angle to the principal axis of stress. 10%The fibers are oriented at a 90° angle to the stress principal axis, which prevents the composite material from being disintegrated during the shearing process. When the metal layer 24 is combined with a fiber layer 20 such as a high elastic

modulus non-reactive polymer fiber 22, as little as 10% of the fibers can be oriented at a 90° angle to the initial stress. Therefore, it is possible to assemble and use the laminate 10 in which all the fibers 22 are advantageously arranged in a straight line in a common direction, without adding materials and adding manufacturing steps including cross ply.

149 In the presently preferred embodiment, if required, the metal layer 24 can be pre-treated as described above to properly assemble the laminate 10 first. Then, the fiber layer 20 is placed between the metal layers 24. An adhesive (not shown) is applied on each boundary between the metal layer 24 and the fiber layer 20. The resulting stack is placed in a vacuum bag. Place the vacuum bag in the autoclave. The vacuum bag is evacuated and the autoclave is pressurized.

154 At a temperature suitable for activating and curing the adhesive (not shown) and the resin matrix (not shown), the autoclave is heated and maintained for a sufficient time to cure the laminate 10. It should be understood that the temperature and holding time of the autoclave correspond to the temperature and holding time suitable for curing the adhesive (not shown) and the resin matrix (not shown). In an exemplary embodiment, a 350 [image] cured resin Toray 3900-2 is used as a resin matrix (not shown), and the autoclave is heated to about 350 [image] and maintained at this temperature for about 120 minutes. The general curing temperature of thermosetting resin adhesive and matrix resin includes curing between 250[image] to 350[image] ±10[image] for about two hours. It should be understood that the thermal curing of the adhesive (not shown) in the matrix resin (not shown) can also advantageously heat-treat or heat-age the metal layer 24 at the same time.

05-08-2020 4

164 It should also be understood that during the molding process, the laminate 10 may be molded in a mold or formed into a complex shape before curing. This allows the laminate 10 to be shaped and cured into a curved or segmented shape, such as the arc-shaped cross section described below in conjunction with FIG. 5B.

167 Turning to FIG. 2, there is shown a partially cut-away isometric view of another exemplary laminate 40. Similar to the laminate 10 (FIG. 1), the laminate 40 includes four metal layers 54 and three fiber layers 50 sandwiched between the metal layers 54. However, it should be understood that any number of layers can be provided as required by a particular application. The metal layer 54 is assembled with a metal foil having a butt joint 56 inside the metal layer 54. The metal layer 54, the fiber layer 50, the matrix resin (not shown), the adhesive (not shown), and the method of assembly and curing of this laminate 40 are appropriately as described above for the laminate 10 (FIG. 1) Described. However, in this exemplary embodiment, the fibers 51 in the fiber layer 50 are not all aligned in a common direction like the laminate 10 (FIG. 1). Instead, the fibers 51 in the two fiber layers 50 are arranged in a straight line, and the fibers 51 in the third fiber layer 50 are oriented at 90° with the direction of the other two fiber layers 50. Therefore, the laminate 40 has greater multidirectional strength than the laminate 10 (FIG. 1) at the expense of a decrease in the strength in the direction in which the fibers 51 in the two linear fiber layers 50 are aligned. As pointed out, the laminate 40 may also include fibers that are aligned in any combination of directions that are suitable for the occasions where the laminate 40 is used.

181 It should be understood that multiple fiber layers 50 may be placed between two metal layers 54 to thereby increase the ratio of fiber layer 50 to metal layer 54. Referring now to FIG. 3 again, an exemplary laminate 60 includes two metal layers 74. The three fiber layers 70, 71 and 72 are sandwiched between the two metal layers 70. In this embodiment, the three fiber layers include two first fiber layers 70 and 72 with fibers 75 oriented in the first direction, and between the two first fiber layers 70 and 72, the fibers and A second fiber layer 71 in which the directions of the fibers 75 in the layers 70 and 72 are oriented at an angle of 90°. It should be understood that multiple fiber layers can be assembled together and sandwiched between various numbers of metal layers 74, the number of metal layers being dependent on the stresses that will be applied to the components using the laminate 60. In Fig. 3, the materials and assembly method are also appropriately as described with reference to Fig. 1.

191 Referring now to FIG. 4a, another exemplary laminate 80 of the present invention includes four metal layers 94. In this embodiment, by way of non-limiting example, between each pair of metal layers 94 is a multi-tier fiber layer 92. Each multi-ply fiber layer 92 includes four or four layers of fibers 93 all aligned in a straight line. Thus, the resulting laminate 80 includes twelve stacks of fibers 93 and four metal layers 94. The materials and assembly method used for the laminate 80 are appropriately those described with reference to FIG. 1.

196 For certain applications, it may be advantageous for one or more metal layers in the laminate to be thicker than the other layers. In FIG. 4B, another exemplary laminate 81 is similar to the laminate 80 in FIG. 4A except that the laminate 81 includes the outermost metal layer 95 thicker than the other metal layers 94. By way of non-limiting examples, when the metal layer is combined on the outside of the laminate 81, the thicker metal layer can provide additional lightning protection, which can be landing fasteners, brackets, etc. Either other connections provide additional thickness, or additional thickness may be provided for subsequent chemical milling to form more complex surface configurations and thicknesses.

203 It should be understood that the hollow core layer can be incorporated into the high modulus fiber-metal laminate. Referring again to FIG. 5A, an exemplary hollow core laminate 110 includes a honeycomb core layer 122 sandwiched between two fiber-metal composite layers 120, such as described above with respect to

05-08-2020 5

FIGS. 1 to 4. The hollow core layer 122 in the exemplary laminate 110 is a hexagonal celled honeycomb layer 122, but is not limited thereto. Such honeycombs include aluminum honeycombs manufactured by Hexcel. It should be understood that introducing the hollow core 122 into the fiber-metal laminate 110 can increase the rigidity of the laminate 110.

210 The high modulus fiber laminate of the present invention can be advantageously incorporated into aircraft parts. Referring again to FIG. 5B, the exemplary laminate of the present invention is introduced into the surface layer portion 130 of the fuselage. According to the requirements of a specific application, the fuselage portion 130 is formed into a cylindrical or conical shape (shown in a two-dimensional sectional view in the figure). In this exemplary embodiment, the fuselage section 130 includes a hollow core layer 152 sandwiched between a high modulus fiber layer 140 and a metal layer 144, all of which are assembled and cured into

a preformed fuselage section 130. In this exemplary embodiment, there are multiple layers of fiber-metal laminate assembly 156 on each side of the hollow core layer 152. Each assembly 156 includes three metal layers 144 composed of butting aluminum alloy foils and two fiber layers 140. The fiber layer 140 is sandwiched between the metal layers 144. The fuselage section 130 is assembled using the materials and methods described above with respect to FIG. 1. Thus, the resulting fuselage part 130 includes (from outside to inside) a metal layer 144, a fiber layer 140, a metal layer 144, a fiber layer 140, a metal layer 144, a hollow core layer 152, a metal layer 144, a fiber layer 140, and a metal layer 144. As described above, it should be understood that the metal layer 144 on the outside and inside of the fuselage portion 130 appropriately increases the moisture resistance, damage resistance, and weather resistance of the assembly.

226 Turning to FIG. 6, the exemplary method 200 of assembling the fiber-metal laminate of the present invention starts at block 210, which is the pretreatment of the metal foil layer. The pretreatment performed at block 210 includes, for example, pretreatment of coating sol-gel, as described above with respect to FIG. 1. After the metal foil is pre-treated, at block 220, the adhesive is applied to the location where a junction will be formed between the metal layer and the fiber layer. At block 230, the fiber layer is sandwiched between the metal layers to produce a laminated assembly. At block 240, the laminate is cured in the manner described above with respect to FIG. 1. Curing usually includes heat curing. In this way, the high modulus fiber layer is bonded to the metal layer, thereby forming the fiber-metal laminate of the present invention.

234 As pointed out, although the preferred embodiments of the present invention have been illustrated and described, many changes can be made without departing from the spirit and scope of the present invention. Therefore, the scope of the present invention is not limited by the disclosure of the preferred embodiments. Rather, the scope of the present invention should be determined entirely by the claims.

O Uso de Compósitos Estruturais na Indústria Aeroespacial

Após décadas de uso restrito em alguns setores da indústria, como na área de mísseis, foguetes e aeronaves de geometrias complexas, os compósitos poliméricos estruturais, também denominados avançados, têm ampliado a sua utilização em diferentes setores da indústria moderna, com um crescimento de uso de 5% ao ano. Atualmente, a utilização de estruturas de alto desempenho e com baixo peso tem sido feita nas indústrias automotiva, esportiva, de construção civil, entre outras.

A partir da década de 60, os materiais compósitos de alto desempenho foram introduzidos de maneira definitiva na indústria aeroespacial. O desenvolvimento de fibras de carbono, boro, quartzo ofereceram ao projetista a oportunidade de flexibilizar os projetos estruturais, atendendo as necessidades de desempenho em vôo de aeronaves e veículos de reentrada. Em paralelo, os compósitos carbono/carbono (compósitos de Carbono Reforçados com Fibras de Carbono-CRFC) e tecidos de fibras de quartzo foram desenvolvidos e submetidos a severas condições térmicas e de erosão, em cones dianteiros de foguetes, em partes externas de veículos submetidos à reentrada na atmosfera terrestre e em aviões supersônicos. Os avanços dos compósitos criaram novas oportunidades para estruturas de alto desempenho e com baixo peso, favorecendo o desenvolvimento de sistemas estratégicos, como na área de mísseis, foguetes e aeronaves de geometrias complexas.

Durante o conflito no sudeste da Ásia, no Vietnã, em ambiente de floresta, novos desafios surgiram na área de materiais. Como consequência, novos plásticos foram desenvolvidos para atender a

indústria de eletroeletrônicos, que necessitava de maior resistência a climas úmidos. Revestimentos de aeronaves também foram obtidos especificamente para minimizar os efeitos de corrosão, erosão e minimizar sinais de infravermelho. Outros plásticos foram pesquisados visando a confecção de pára-quedas e a construção de artefatos mais resistentes a fluidos hidráulicos.

Com o advento da corrida espacial novos desenvolvimentos foram feitos na área de compósitos carbono/carbono, com maior resistência à oxidação, garantindo o seu uso em gargantas de tubeiras de foguetes impulsionados à base de propelente sólido e cones de exaustão de aeronaves.

No conflito com o Iraque, mais uma vez, a indústria aeronáutica surpreendeu o setor tecnológico com o lançamento da aeronave F-117, construída em compósitos de fibras de carbono com matrizes epóxi e bismaleimida, apresentando, ainda, a característica de baixa detecção por radares. A geometria desse avião, associada ao uso de materiais compósitos e revestimentos específicos, que favorecem a absorção da radiação eletromagnética na faixa de microondas, ainda hoje são marcos impressivos de

inovação das engenharias aeronáutica e de materiais.

Após décadas de uso restrito em alguns setores da indústria, devido ao seu custo de obtenção, os compósitos poliméricos estruturais, também denominados avançados, têm ampliado a sua utilização em diferentes setores da indústria moderna, com um crescimento de uso de 5% ao ano. Atualmente, a utilização de pré-impregnados (tecido ou cabo de reforço contínuo, impregnado com resina no estágio B) na manufatura de artefatos em compósitos estruturais está distribuída, ao nível mundial, nos seguintes ramos da indústria: aeronáutico comercial 60%, defesa e espaço 20%, recreativo 10% e indústrias em geral 10%. Com relação ao tipos de reforços, os setores aeronáutico/defesa/espaço utilizam 60% de pré-impregnados unidirecionais (*tapes*) e 40% de tecidos bidimensionais, o setor recreativo 80% de reforços unidimensionais e 20% de tecidos bidimensionais e os demais setores 10% de tecidos e reforços unidimensionais e 90% de reforços tipo não-tecidos (*nonwoven reinforcements*). Com relação às matrizes poliméricas utilizadas na impregnação dos reforços, 40% são do tipo epóxi, 20% relativas a sistemas para uso em

mais altas temperaturas, em relação à epóxi, tipos bismaleimidas e alguns termoplásticos e 40 % demais tipos de resinas.

Mais recentemente, mesmo no setor aeroespacial, a obtenção de componentes em compósitos estruturais tem procurado correlacionar as propriedades dos materiais, o desempenho estrutural do componente e os diferentes processos de manufatura com a redução de custo. Processos que favoreçam maior produtividade a menores custos e com qualidade compatível à utilização do produto estão sendo investigados. Com isto, os compósitos avançados têm ampliado as suas aplicações em outras áreas da engenharia, ao nível mundial. Exemplos de alguns desses processos são a moldagem por transferência de resina assistida a vácuo (*Vaccum-Assisted Resina Transfer Molding - VARTM*) e a moldagem por transferência de resina (*Resin Transfer Molding - RTM*), bem como, numerosas modificações de processos básicos têm sido realizadas recentemente. Essas inovações têm propiciado uma maior utilização desses compósitos nos setores de transporte, artigos esportivos, médicos e, mais recentemente, na área da engenharia de construção.

Neste contexto, o Brasil tem ampliado a sua experiência de inovação na aplicação dos compósitos estruturais, principalmente, no setor aeronáutico, utilizando este tipo de material em componentes externos e internos de aviões (cerca de 20% da área de uma aeronave) e helicópteros e, em menor escala, na estrutura de foguetes. Em apoio, principalmente, aos trabalhos em andamento no Instituto de Aeronáutica e Espaço do Centro Técnico

Aeroespacial e à indústria aeronáutica nacional e suas ramificações, trabalhos de pesquisa e desenvolvimento têm sido realizados na Divisão de Materiais, enfocando o uso de diferentes matrizes poliméricas, otimização de processos e melhoria de propriedades mecânicas, principalmente pelo estudo de interfaces fibra/matriz e tratamento superficial de reforços.

Setor Aeroespacial

Historicamente, estruturas aeronáuticas em compósitos têm sido fabricadas utilizando-se fibras longas, com comprimento igual à dimensão do componente que está sendo manufaturado. Dessa maneira, ocorre a máxima transferência das propriedades mecânicas da fibra para o compósito (sob determinadas condições de carregamento das fibras). No entanto, a fabricação de estruturas complexas, utilizando fibras contínuas, exige uma significativa quantidade de trabalho manual ou equipamentos complexos e caros de corte do reforço e laminação dos pré-impregnados. Em função disso, trabalhos recentes têm combinado o uso de pré-formas de fibras secas e picadas e processos de transferência de resina, visando ampliar o uso de compósitos poliméricos em componentes de estrutura secundária (com menor exigência estrutural). O resultado desses trabalhos mostra vantagens de custo e processabilidade e na relação peso/resistência, em comparação ao componente metálico substituído.

A utilização de compósitos poliméricos avançados em partes estruturais de aeronaves cresce a cada ano, devido às excelentes pro-

priedades mecânicas que este material confere ao componente que está sendo projetado e por permitir flexibilidade no projeto de peças complexas e com propriedades locais específicas. Hoje, a empresa americana Hexcel Corporation, fornecedora de pré-impregnados (tecido ou cabo de reforço contínuo, impregnado com resina no estágio B) homologados internacionalmente para serem utilizados na manufatura de componentes aeronáuticos estruturais, já movimenta mais de 1 bilhão de dólares, fornecendo para empresas como a Boeing, Bombardier e EMBRAER.

O crescente uso de polímeros reforçados com fibras de carbono no setor aeronáutico deve-se, principalmente, ao constante desafio que esta indústria possui na obtenção de componentes que exibam os maiores valores de resistência mecânica e de rigidez específicas entre os materiais disponíveis. A substituição do alumínio por compósitos poliméricos estruturais, por exemplo, permite uma redução de peso de 20 a 30%, além de 25% na redução do custo final de obtenção das peças.

Hoje, os compósitos de fibras contínuas com matriz termorrígida estão sendo utilizados na obtenção de componentes internos, externos, nervuras de asas em aeronaves da Boeing, portas de trens de aterrissagem, radome do Hércules, flapes, partes estruturais do F-16, bordas de ataque, entre outras.

O processo mais utilizado na fabricação dos compósitos poliméricos termorrígidos tem sido a cura em autoclave de peças laminadas manualmente. Com o objetivo de otimizar a produção desses compósitos com qualidade para aplicação aeroespacial, estudos têm

sido realizados sobre o efeito de delaminação em bordas livre e moldada de compósitos com diferentes arranjos de fibras e sobre a influência da porosidade nas propriedades mecânicas finais do material obtido. Entretanto, existem muitos outros processos atualmente em uso, podendo-se citar a pultrusão, bobinagem, a trançagem com ângulos e densidades de fibras pré-determinados (*braiding*), RTM, etc.

Apesar da matriz epóxi ser ainda muito utilizada no processamento de compósitos, uma nova geração de resina termorrígida modificada com termoplásticos, as bismaleimidas (BMI), está sendo utilizada nas mais importantes e complexas aplicações de alto desempenho no setor aeronáutico, podendo-se citar na aeronaves F-22, F-117 e B-2, do programa militar americano. Na área civil, compósitos com este tipo de matriz vêm sendo utilizados na indústria de carros de fórmula-1. Os compósitos com bismaleimida apresentam a combinação única de alta temperatura de serviço, excelentes propriedade mecânicas até cerca de 180°C em condições úmidas, exibindo tolerância a danos superior às melhores resinas epóxi. Certas BMI são capazes de serem utilizadas na faixa de temperatura de 232-288°C, apresentando comportamento semelhante à poliimida PMR-15. As BMI, também, permitem o uso do processo RTM.

A aeronave supersônica F-22, que atinge velocidades de 1,5 Mach, utiliza em sua estrutura 24% de material compósito polimérico, 39% de titânio, 16% de alumínio, 6% de aço e 15% de outros materiais. Sendo que, 50% do peso em compósito é constituído da matriz de resina

BMI. A aeronave F-22, apesar de suas velocidades de vôo, não utiliza em suas superfícies externas material retardante de chama, devido às características de resistência térmica e química da BMI.

A Figura 1 apresenta a aeronave Tucano produzida pela EMBRAER, mostrando os componentes fabricados em compósitos termorrígidos, utilizando como reforço fibras de carbono, kevlar e vidro.

O uso de compósitos termoplásticos reforçados com fibras contínuas também tem sido ampliado no setor aeroespacial, devido, principalmente, à redução drástica da fadiga, maiores valores de resistências ao impacto e ao fogo, baixa absorção de umidade, temperatura de serviço mais elevada e grande versatilidade na produção em série, exibindo propriedades mecânicas iguais ou superiores às apresentadas pelos compósitos termorrígidos. No setor aeronáutico, o uso de compósitos termoplásticos é promissor na construção de fuselagens, permitindo com isto uma redução de peso em torno de 25%, em relação às estruturas metálicas hoje utilizadas. Hoje, dois processos tecnológicos estão sendo estudados, de modo a ampliar o uso deste tipo de compósitos sem, no entanto, onerar em demasia os custos com a aquisição de novas ferramentas de moldagem. O primeiro processo, conhecido como termoforragem de laminas, consiste em laminar os pré-impregnados e pré-consolidar por prensagem a quente. Estes laminados são, então, cortados e moldados na obtenção da peça. O segundo processo é conhecido como consolidação *in-situ*, o qual utiliza a laminação contínua e a consolidação direta da peça. Hoje,

estes compósitos estão sendo utilizados na obtenção de componentes externos, como portas de aeronaves da Boeing e da Fokker.

Vários polímeros de última geração estão sendo utilizados na obtenção destes compósitos destacando-se: poliamidas, poliimidas, PEEK [poli(éter-éter-cetona)], PEI [poli(éter-imida)], PPS [poli(sulfeto de fenileno)], PSU (polisulfona), entre outros, atendendo a requisitos de resistência mecânica na faixa de -60 a 200°C, utilizando processos como a moldagem por compressão a quente, a pultrusão reativa, a injeção e o RTM.

No setor aeroespacial tem-se, ainda, os compósitos carbono/carbono constituídos por uma matriz de carbono, proveniente de precursores à base de resinas ou piches. Esta classe de compósito termoestrutural procura aliar as propriedades de alto desempenho das fibras de carbono com as características singulares do carbono. Os materiais carbonosos, em suas diferentes formas estruturais, apresentam alta resistência mecânica em temperaturas de até 2800°C, na ausência de oxigênio, boa resistência à corrosão, baixa expansão térmica, inércia química e resistência a variações súbitas de temperatura. Estas propriedades tornam este material atrativo para aplicações a elevadas temperaturas (800-2500°C) em atmosfera inerte e condições ablativas.

Embora existam todas estas vantagens, a aplicação do carbono tem sido limitada pela baixa deformação na ruptura, alta sensibilidade a imperfeições, anisotropia, variabilidade nas propriedades, dificuldades no processo de obtenção de componentes de grandes dimensões e formatos complexos. Além disso,

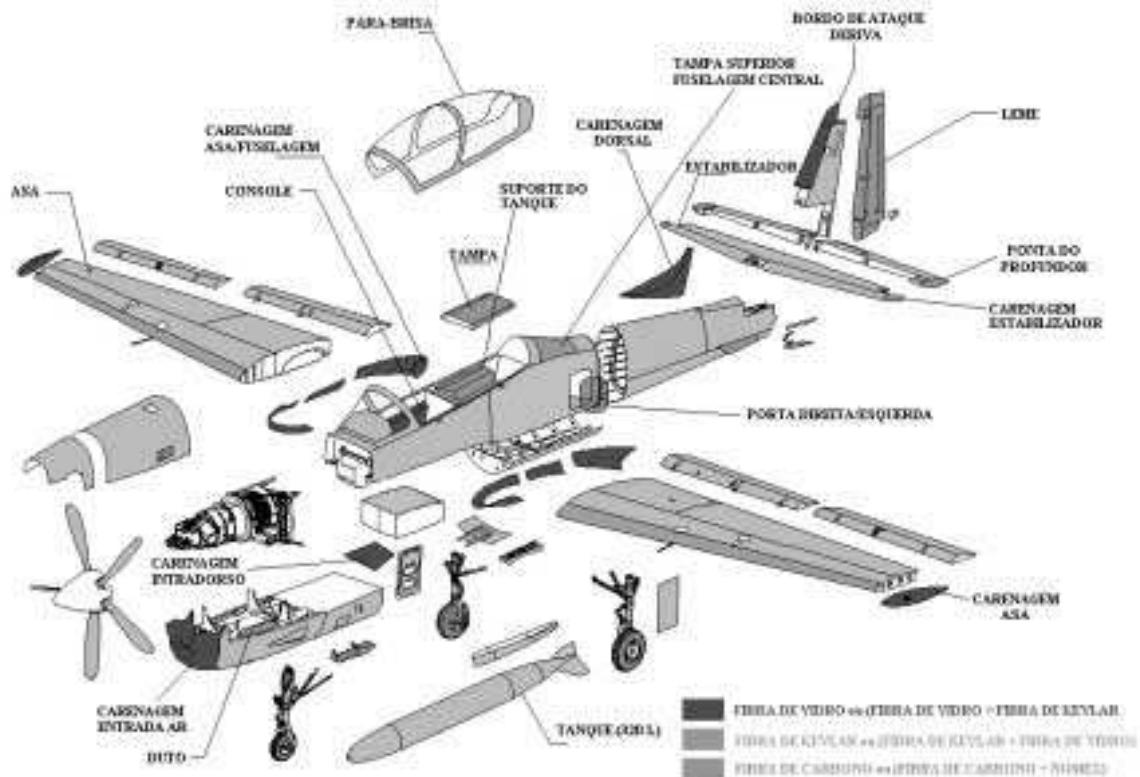


Fig.

devido ao seu elevado custo, comparado com outros materiais, a sua aplicação está restrita às áreas aeroespacial, nuclear, biomédica e algumas aplicações especiais.

Outro fator limitante da utilização do CRFC é a sua susceptibilidade à oxidação a temperaturas de aproximadamente 500°C, sob ar. Porém, isto pode ser minimizado fazendo-se o recobrimento de sua superfície com antioxidantes adequados. Quando a temperatura de aplicação está na faixa entre 500 - 600°C, a inibição pode ser obtida utilizando-se compostos inorgânicos como óxido de boro e fosfatos. Quando a temperatura de utilização for maior que 600 °C, costuma-se recobrir o CRFC com carbeto de silício, carbeto de titânio, entre outros.

Apesar do CRFC ser susceptível à oxidação a temperaturas superiores a 500 °C, este fator torna-se menos relevante quando a aplicação do compósito for por um curto período de duração, como nos casos de gargantas de tubeiras de foguetes à base de propelente sólido ou componentes com a função de proteção térmica, como em mísseis e veículos de reentrada. Ainda no campo aeroespacial, os CRFC estão sendo utilizados em bordas de ataques de aeronaves supersônicas e do ônibus espacial (Space Shuttle) da NASA, componentes estes que chegam atingir temperaturas de até 1500 °C, devido ao atrito com a atmosfera e, em sistemas de freios de aeronaves supersônicas militares e civis (como o Concorde), devido à sua baixa taxa de desgaste com a

temperatura, aos bons coeficientes de atrito e de calor específico, que proporcionam um atrito brando durante o período de frenagem. O potencial de frenagem do compósito carbono/carbono é cerca de quatro a cinco vezes superior aos sistemas convencionais (metálicos) aumentando, assim, a segurança da aeronave. Este sistema oferece, ainda, uma economia de peso, comparado com os convencionais.

O processamento do CRFC tem como fase intermediária a obtenção de compósitos carbono/fenólica. Estes compósitos poliméricos reforçados com fibras de carbono, além de serem materiais precursores dos CRFC, têm encontrado aplicações termo-estruturais como proteção térmica de foguetes. Na tecnologia de propulsão de

foguetes que usam combustíveis sólidos, os compósitos carbono/fenólica têm papel fundamental como o suporte da garganta de tubeira em CRFC, protetor térmico na região de saída dos gases de queima do propelente e nas re-

giões anterior e posterior à garganta (Figura 2).

Transporte

A tendência mundial mostra que a indústria automotiva a médio e longo prazos será a maior usuária dos compósitos poliméricos. No entanto, esta lucrativa oportunidade só se firmará quando os compósitos reforçados com fibras de vidro e carbono apresentarem preço competitivo com o alumínio e o aço. A possibilidade de aplicação dos compósitos neste setor é na manufatura de um sistema único de estruturas como chassis e carrocerias, principalmente pelos processos de moldagem e RTM, podendo ainda ser ampliado na manufatura do tanque de combustível, pelo processo de

bobinagem, entre outras. Hoje, esta indústria já faz uso de polímeros e de compósitos com fibras picadas na fabricação de componentes sem exigência estrutural primária.

Com relação aos compósitos carbono/carbono, hoje estes materiais já são utilizados como discos de freios em carros de formula-1 e trens de alta velocidade, em substituição ao asbestos.

Indústria da Construção Civil

Durante muito tempo os compósitos poliméricos têm sido utilizados basicamente para reparos e adequações de pontes e edificações danificadas. No entanto, a deterioração da parte pavimentada das pontes (leito da ponte) é considerado um sério problema de infraestrutura. Tal desafio tem levado à investigação de materiais não-convenicionais para solucionar esses problemas. Avanços na manufatura de compósitos poliméricos reforçados com fibras, somado aos valores de resistência e rigidez desses materiais nas condições de uso, simulados em laboratório, levaram à produção, nos Estados Unidos da América no estado da Virgínia, de módulos de leitos de pontes para reparos temporários ou permanentes. Inicialmente, o custo desses leitos em material compósito é cerca de 60% maior que o correspondente à produção de leitos em concreto. No entanto, a busca por uma produção em escala industrial e o menor peso desses leitos, facilitando o seu transporte e a sua colocação final, têm motivado a continuidade dos trabalhos de substituição de materiais convencionais. Uma outra área da indústria da construção civil que tem dedicado atenção especial aos compósitos poliméricos

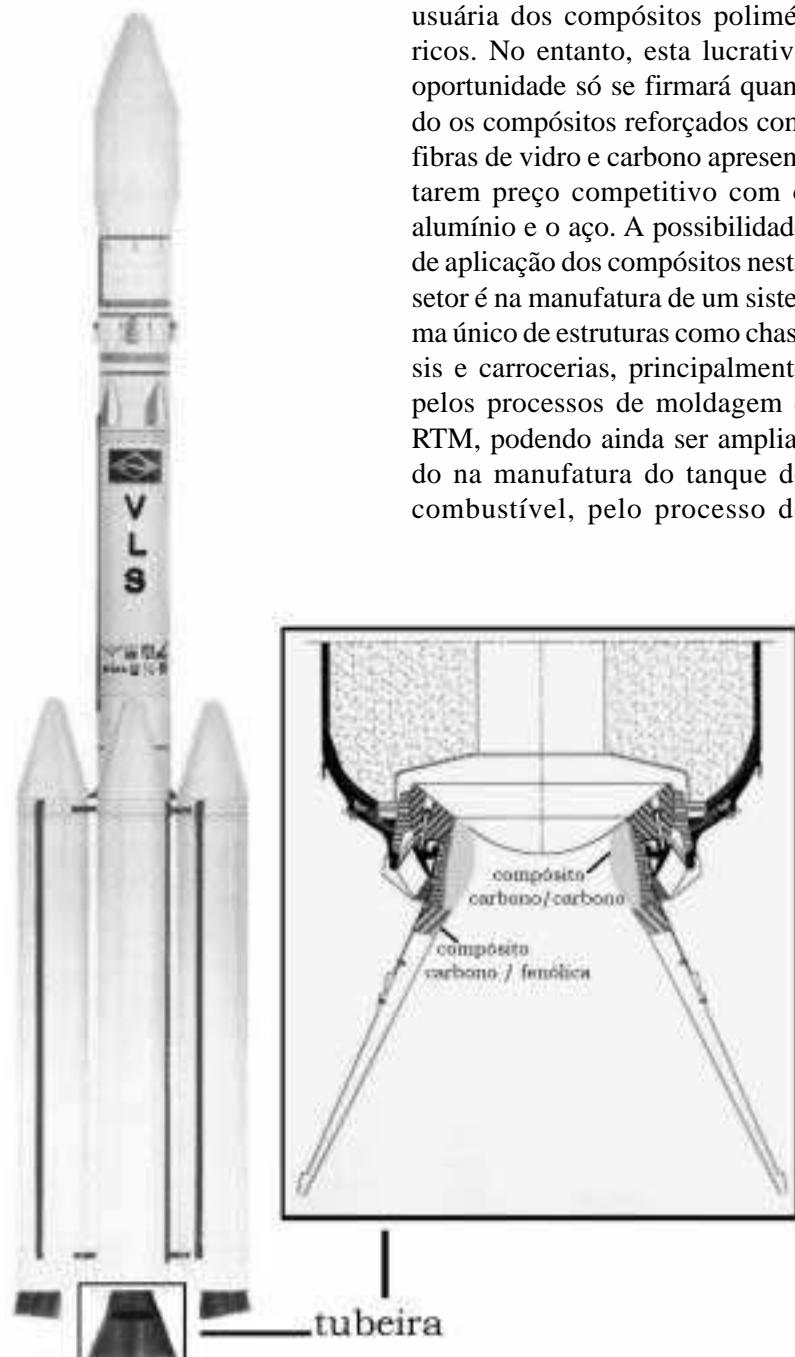


Figura 2. Esquema de uma garganta de foguete produzida pelo CTA mostrando o uso de compósitos carbono/carbono e carbono/fenólica.

estruturais, na tentativa de minimizar o peso das estruturas e diminuir os riscos de desabamentos, mantendo as mesmas características mecânicas dos materiais convencionais, é a construção de edificações em áreas sujeitas a abalos sísmicos.

A prática da trançagem de fibras (*braiding*) foi, por muito tempo, utilizada para a obtenção de estruturas simples, de uso decorativo ou como cordas. Atualmente este processo vem sendo utilizado na manufatura de componentes aeroespaciais e mais recentemente na produção de hastes, estacas e tubos de menor peso aplicados no setor da construção civil, como componente com exigências estruturais. O uso de fibras estruturais como carbono, vidro, aramida tem viabilizado a obtenção de pré-formas trançadas, com a combinação de fibras ou não, cilíndricas ou planas, impregnadas com termorrígidos ou termoplásticos. Estas estruturas trançadas, dependendo dos tipos de fibra e matriz polimérica utilizados têm apresentado, em geral, preço competitivo, com interessantes valores de resistência e rigidez, resistência à corrosão e menor peso.

Células Combustível

Os compósitos carbono/carbono além de suas aplicações no setor aeroespacial têm encontrado aplicações em células combustível como eletrodos e outros componentes estruturais, devido à sua excelente resistência à corrosão e boas propriedades térmicas e elétricas. A maioria das células combustível modernas é baseada no uso de eletrólitos à base de ácido fosfórico como eletrólito, operando a 204°C e gerando de 200 kW a 11 MW d

energia elétrica. Estas células individuais são ligadas em série formando módulos. A combinação de muitos desses módulos são utilizados para formar um gerador de energia. Protótipos dessas células com compósitos CRFC têm mostrado bons resultados, porém a viabilização de seu uso depende, ainda, da redução do custo e do tempo de preparação do compósito.

A aplicação dos compósitos CRFC em reatores de energia por fusão e fissão também é promissora por apresentar como características: baixo número atômico, baixa seção de choque com neutrons, alta estabilidade térmica, não se funde, excelente resistência ao choque térmico, tolerância a danos por neutrons, baixo coeficiente de expansão térmico, alta resistência mecânica, baixo módulo de Young, resistência à erosão por jateamento de plasmas e baixa liberação de gases.

O CRFC também pode ser utilizado na confecção de cápsulas de proteção de isótopos utilizados em missões espaciais para gerar calor e eletricidade.

Outras Aplicações

Na área médica os materiais compósitos poliméricos têm encontrado aplicação na confecção de próteses ortopédicas externas e o compósito carbono/carbono em próteses ortopédicas internas.

O compósitos poliméricos reforçados com fibras de carbono têm sido utilizados, também, em sistemas de antenas, devido às suas boas propriedades de reflexão de rádio-freqüência, alta estabilidade dimensional e boa condutividade elétrica. Isto inclui antenas parabólicas, subrefletores e estruturas

traseiras de emissores de rádio-freqüência. Já os compósitos com fibras de vidro e kevlar vêm sendo utilizados como material transparente à radiação eletromagnética na faixa de microondas, sendo aplicados na manufatura de radomes de aeronaves (nariz do avião), tendo como função proteger o radar de busca e imageamento, sem interferir na radiação emitida ou recebida pelo radar.

Os compósitos poliméricos obtidos pelo processo de trançagem e/ou pultrusão têm sido utilizados na manufatura de artigos esportivos como tacos de basebol, de *hóquei*, varas de pescar, *esqui* para uso em esportes aquáticos e em neve, estruturas de bicicletas, entre muitos outros artigos utilizados nesta área.

Uma outra área que vem se beneficiando das propriedades de resistência mecânica e menor peso dos compósitos estruturais é a de construção de plataformas *offshore* e de equipamentos para a extração de petróleo em alto mar. O uso de compósitos obtidos pelo processo de bobinagem tem oferecido muitas vantagens nesta área, permitindo o projeto de tubos com as características desejadas à aplicação, em função da escolha correta da fibra, matriz e da orientação das fibras durante a bobinagem.

Olhando para o Futuro

Sabendo-se que, os compósitos avançados são obtidos pela combinação de materiais com diferentes características físico-químicas e mecânicas e pela utilização de diferentes processos de manufatura, necessitando esses desempenhar funções estruturais cada vez mais

exigentes, os trabalhos de pesquisa e desenvolvimento nesta área são cada vez mais importantes. A crescente utilização dos compósitos estruturais tem estimulado a formação de recursos humanos cada vez mais capacitados, de modo a atingir com êxito os desafios da obtenção de componentes com funções múltiplas, atendendo requisitos de utilização como: menor peso, maior desempenho mecânico, transparência à radiação, resistência à erosão, entre outras.

Agradecimentos

Ao Sr. Jefffferson Rodrigues Tavares pela preparação das figuras, ao Sr. Edmundo C. Ortiz da Hexcel Composites e à Divisão de Química do IAE por fornecer a figura do foguete VLS.

Bibliografia sugerida

1. Composites Technology . Yellow Pages 2000. International Edition, v. 6 (3), 6-20, 2000.
2. Sampe Journal, v. 35(6), 1999.
3. Sampe Journal, v. 35(4), 1999.
4. Sampe Journal, v. 35(3), 1999.
5. Sampe Journal, v. 35(2), 1999.
6. Sampe Journal, v. 35(1), 1999.
7. Sampe Journal, v. 34(6), 1998.
8. Sampe Journal, v. 34(5), 1998.
9. Sampe Journal, v. 34(4), 1998.
10. LEE, S.M. International Encyclopedia of Composites, v. 1-6, VCH, New York, 1991.

Matéria elaborada por Mirabel C. Rezende, Centro Técnico Aeroespacial, Instituto de Aeronáutica e Espaço, Divisão de Materiais e Edson C. Botelho, Centro Técnico Aeroespacial, Instituto Tecnológico de Aeronáutica.



FACULDADES DE ENGENHARIA, QUÍMICA E FÍSICA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA E TECNOLOGIA DE
MATERIAIS

UBIRAJARA MARQUES LIMA JÚNIOR

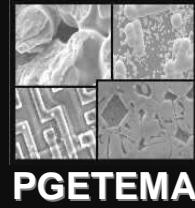
**FIBRAS DA SEMENTE DO AÇAIZEIRO (EUTERPE
OLERACEA MART.): AVALIAÇÃO QUANTO AO USO
COMO REFORÇO DE COMPÓSITOS
FIBROCIMENTÍCIOS**

Porto Alegre
2007



PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA DO RIO GRANDE DO SUL
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA E
TECNOLOGIA DE MATERIAIS**

Faculdade de Engenharia
Faculdade de Física
Faculdade de Química



**FIBRAS DA SEMENTE DO AÇAIZEIRO (EUTERPE OLERACEA
MART.): AVALIAÇÃO QUANTO AO USO COMO REFORÇO DE
COMPÓSITOS FIBROCIMENTÍCIOS**

UBIRAJARA MARQUES LIMA JÚNIOR
ENGENHEIRO CIVIL

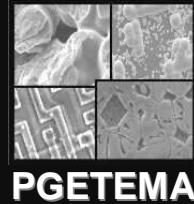
**DISSERTAÇÃO PARA A OBTENÇÃO DO TÍTULO DE MESTRE EM
ENGENHARIA E TECNOLOGIA DE MATERIAIS**

PORTO ALEGRE, MARÇO DE 2007



PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA DO RIO GRANDE DO SUL
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA E
TECNOLOGIA DE MATERIAIS**

Faculdade de Engenharia
Faculdade de Física
Faculdade de Química



FIBRAS DA SEMENTE DO AÇAIZEIRO (*EUTERPE OLERACEA* MART.): AVALIAÇÃO QUANTO AO USO COMO REFORÇO DE COMPÓSITOS FIBROCIMENTÍCIOS

UBIRAJARA MARQUES LIMA JÚNIOR
ENGENHEIRO CIVIL

ORIENTADOR: ELEANI MARIA DA COSTA, PROF^a.DR^a.
CO-ORIENTADOR: SANDRO CAMPOS AMICO, PROF.DR.

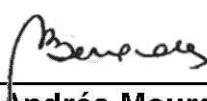
Trabalho realizado no Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia dos Materiais - PGTEMA, como parte dos requisitos para a obtenção do título de Mestre em Engenharia e Tecnologia de Materiais.

PORTO ALEGRE, MARÇO DE 2007.

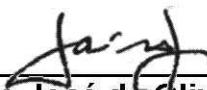
**FIBRAS DA SEMENTE DO AÇAIZEIRO (EUTERPE OLERACEA MART.):
AVALIAÇÃO QUANTO AO USO COMO REFORÇO DE COMPÓSITOS
FIBROCIMENTÍCIOS**

**UBIRAJARA MARQUES LIMA JÚNIOR
ENGENHEIRO CIVIL**

BANCA EXAMINADORA


Prof. Drª. Andréa Moura Bernardes

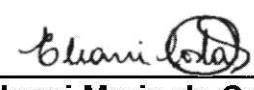
**Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de
Materiais - PPGEM
Universidade Federal do Rio Grande do Sul-UFRGS**


Prof. Dr. Jairo José de Oliveira Andrade

**Faculdade de Engenharia- Curso de Engenharia Civil
Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul-PUCRS**


Prof. Dr. Sandro Campos Amico (Co-orientador)

**Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de
Materiais-PPGEM
Universidade Federal do Rio Grande do Sul-UFRGS**


Prof. Drª. Eleani Maria da Costa (orientador)

**Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia de Materiais-
PGETEMA
Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul-PUCRS**

Aos meus pais, Ubirajara e Norma, que merecem o meu respeito e a quem devo toda minha educação e apoio na vida acadêmica.

À minha esposa Tatiana, pelo amor, incentivo, apoio e compreensão.

Aos meus filhos, Carolinne e Carlos Eduardo, eternas fontes de inspiração alegria e amor incondicional.

AGRADECIMENTOS

- À Prof.^a Dr. ^a Eleani Maria da Costa, pela sua adjetiva orientação, incentivo e oportunidades de aprendizado.
- Ao Prof. Dr. Sandro Campos Amico, pela sua precisa co-orientação, estímulo e sabedoria.
- Aos Professores Ms. Fernando Recena e Ms. Luis Ernani, pela contribuição técnica e oportunidades de aprendizado.
- Aos professores Ms. Clementino dos Santos Filho e Ms. José Zacarias da Silva Júnior pela receptividade e colaboração na infra-estrutura para a realização dos ensaios realizados em Belém.
- A todos os professores, colegas e funcionários do PGETEMA, pelo ótimo convívio e contribuições durante o curso.
- Aos técnicos da Faculdade de Engenharia da PUCRS Eduardo Reinhardt da Cruz, Eduardo Perosa e da UNAMA Ailton dos Anjos pela ajuda e contribuição nos experimentos.
- À minha família na ajuda do beneficiamento primário das fibras a partir das sementes de açaí.

“*Felix qui potuit rerum cognoscere causas*”

Virgílio
[Geórgica, Livro II, linha 490]

RESUMO

O presente trabalho investiga pela primeira vez a possibilidade de utilização de fibras vegetais oriundas do subproduto da extração da polpa de açaí, fruto da estirpe *Euterpe oleracea*, como material alternativo para o setor de construção civil. O estudo envolveu aspectos relacionados à determinação de propriedades da fibra tais como morfologia e propriedades físico-químicas, à produção de corpos-de-prova com diferentes teores de fibra, além de ensaios físicos (massa específica, porosidade aparente e absorção de água) e mecânicos (ensaios de compressão axial, de tração na flexão e de tração por compressão diametral) para avaliação de desempenho do material final, bem como a proporção mais adequada de fibra em relação ao cimento Portland dentre os traços ensaiados. Os compósitos cimentícios reforçados com fibras de açaí não apresentaram perda significativa de resistência à compressão. Além disso, as fibras incrementaram de forma satisfatória a resistência à tração (aproximadamente 13% em média) de fibrocimentos produzidos com este reforço. O reforço proposto apresentou um bom desempenho de adesão com a matriz e consequente comportamento pós-fissura inerente aos fibrocimentos, reforçando a região adjacente à fratura. Compósitos reforçados com fibra de açaí *in natura* apresentaram boas propriedades mecânicas. Portanto, as fibras de açaí, material disponibilizado a custo zero, são passíveis de aplicação como reforço de matrizes cimentícias, proporcionando um bom desempenho mecânico e reduzindo o custo do produto final, devido ao valor das fibras incorrer somente no seu beneficiamento, que pode ser manual e inserido em contexto social.

ABSTRACT

The present work investigates for the first time the possibility of using vegetable fibers originated from the *açaí* pulp extraction, fruit of *Euterpe oleracea*, as an alternative material for the construction sector. This study comprised studies related to the determination of fiber properties such as morphology and physicochemical properties, to composites manufacturing by different fiber rates in Portland cement matrixes, besides the evaluation of properties of the final material, such as physical properties (specific gravity, apparent porosity and water absorption) and mechanical tests (compressive, flexural and split strength tests) evaluating the better fiber rate in the specimens produced. The cement based composite reinforced with *açaí* fiber did not present a significant decrease on compressive strength. Besides, these fibers increased the tensile strength (approximately 13% in average) the fibrocement materials produced with this reinforcement. The proposed reinforcement presented a good performance regarding adhesion to the matrix and consequently post-crack behavior inherent to fibrocement, strengthening the region near the fracture. Composite materials reinforced with non-treated *açaí* fiber presents good mechanical properties. In all, the *açaí* fibers, which may be obtained at near zero cost, showed the potential to be used in cement matrixes as a reinforcement providing an adequate mechanical performance and reducing the cost of the final product. Besides, the use of these fibers may be beneficial to families responsible for their extraction and preliminary treatment, and therefore social and economical aspects are also involved if new applications are found for the *açaí* fibers.

SUMÁRIO

I – INTRODUÇÃO	14
II - FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	17
2.1 - Aspectos Gerais Sobre os Materiais Compósitos.....	17
2.1.1 - Definição.....	17
2.1.2 - O Sistema Compósito e suas Propriedades.....	18
2.1.3 - Classificação e Principais Tipos de Materiais Compósitos	23
2.1.3.1- Materiais Compósitos Fibrosos.....	26
2.1.3.2 - Compósitos com Fibras Descontínuas.....	28
2.1.3.3 - Compósitos com Fibras Descontínuas e Alinhadas.....	30
2.1.3.4 - Compósitos com Fibras Descontínuas e Aleatoriamente Orientadas	31
2.2 - Os Materiais Compósitos com Fibras Vegetais.....	32
2.2.1 - Fibras Vegetais como Material de Reforço.....	35
2.2.2 - Principais Tipos de Fibras Lignocelulósicas e Suas Propriedades.....	38
2.2.2.1 - Fibras de Quenafe (<i>Papoula-do-são-francisco</i>).....	38
2.2.2.2 - Fibras de Juta.....	39
2.2.2.3 - Fibras de Bambu.....	41
2.2.2.4 - Fibras de Coco ou <i>Coir</i>	42
2.2.2.5 - Fibras de Sisal.....	43
2.3 - Fibrocimentos Baseados em Fibras Vegetais.....	46
2.3.1 - Fibrocimentos.....	46
2.3.2 - Fibrocimentos Verdes.....	49
2.4 - O Açaizeiro, seus Produtos e a Fibra Oriunda da Semente	50
III - METODOLOGIA EXPERIMENTAL	58
3.1 - Caracterização da Fibra da Semente do Açaí.....	58

3.1.1 - Caracterização Morfológica.....	58
3.1.2 - Caracterização Físico-Química.....	60
3.1.2.1.- Análise do pH (NBR 7220/1987).....	60
3.1.2.2 - Análise Termogravimétrica.....	61
3.1.2.3 - Análise por Espectrometria de Infra-vermelho.....	61
3.1.2.4 - Massa Específica.....	61
3.1.2.5 - Dimensões Médias.....	62
3.2 - Produção dos Compósitos.....	63
3.2.1 - Composição do Fibrocimento.....	64
3.2.1.1 - Preparação das Fibras.....	65
3.2.2 - Proporções das Misturas Cimentícias.....	66
3.2.2.1 - Primeiro Lote de Corpos-de-Prova.....	66
3.2.2.2 - Segundo Lote de Corpos-de-Prova.....	69
3.2.3 - Moldagem dos Corpos-de-Prova.....	71
3.3 - Caracterização dos Compósitos.....	72
3.3.1 - Ensaios de Determinação de Propriedades Físicas.....	72
3.3.2 - Ensaios Mecânicos.....	74
3.3.2.1 - Ensaio de Compressão Simples (NBR 5739/1994 e NBR 7215/1996)....	74
3.3.2.2 - Ensaio de Tração na Flexão (NBR 12142/1991).....	75
3.3.2.3 - Ensaio de Tração por Compressão Diametral (NBR 7222/1994).....	76
IV - APRESENTAÇÃO E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS	79
4.1 - Propriedades da Fibra	79
4.1.1 - Morfologia.....	79
4.1.2 - Propriedades Físico-Químicas.....	85
4.1.2.1 - O pH.....	85
4.1.2.2 - Termogravimetria.....	85
4.1.2.3 - Espectrometria de Infravermelho.....	87
4.1.2.4 - Massa Específica.....	88
4.1.2.5 - Dimensões Médias.....	89
4.1.2.6 - Coeficiente de Flexibilidade, Índice de Runkel, Índice de Enfeltramento e Fração Parede.....	92

4.2 - Propriedades dos Compósitos.....	93
4.2.1 - Propriedades Físicas	93
4.2.1.1 - Massa Específica, Porosidade Aparente e Absorção de Água.....	93
4.2.2 - Propriedades Mecânicas	96
4.2.2.1 - Resistência à Compressão Simples.....	96
4.2.2.2 - Resistência à Tração na Flexão.....	98
4.2.2.3 - Resistência à Tração por Compressão Diametral.....	99
4.2.3 - Propriedades Microestruturais.....	102
V – CONCLUSÕES	104
VI - SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	106
VII – REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	108
APÊNDICES	114
APÊNDICE A - Amostragem e tratamento estatístico das larguras da fibra.....	114
APÊNDICE B - Amostragem e tratamento estatístico do comprimento da fibra.....	115
APÊNDICE C - Amostragem, médias e desvios padrão das propriedades físicas da fibra.....	116
ANEXOS	117
ANEXO 1 - Curva termogravimétrica da fibra de sisal (<i>Agave sisalana</i>) obtida por Monhnacz et al.....	117
ANEXO 2 - Relatório de ensaio à compressão da mistura 01ARG aos 7 dias.....	118
ANEXO 3 - Relatório de ensaio à compressão da mistura 01ARG aos 28 dias.....	119
ANEXO 4 - Relatório de ensaio à compressão da mistura 02MIN aos 7 dias.....	120
ANEXO 5 - Relatório de ensaio à compressão da mistura 02MIN aos 28 dias.....	121
ANEXO 6 - Relatório de ensaio à compressão da mistura 03MAX aos 7 dias.....	122
ANEXO 7 - Relatório de ensaio à compressão da mistura 03MAX aos 28 dias.....	123
ANEXO 8 - Relatório de ensaio à compressão da mistura T100F aos 7 dias.....	124
ANEXO 9 - Relatório de ensaio à compressão da mistura T100F aos 28 dias.....	125

ANEXO 10 - Relatório de ensaio à compressão da mistura T203F aos 7 dias.....	126
ANEXO 11 - Relatório de ensaio à compressão da mistura T203F aos 28 dias.....	127
ANEXO 12 - Relatório de ensaio à compressão da mistura T304F aos 7 dias.....	128
ANEXO 13 - Relatório de ensaio à compressão da mistura T304F aos 28 dias.....	129
ANEXO 14 - Relatório de ensaio à compressão da mistura T405F aos 7 dias.....	130
ANEXO 15 - Relatório de ensaio à compressão da mistura T405F aos 28 dias.....	131
ANEXO 16 - Resultado de ensaio à tração na flexão aos 7 dias, p. 1 de 2 (CIENTEC)....	132
ANEXO 17 - Resultado de ensaio à tração na flexão aos 7 dias, p. 1 de 2 (CIENTEC)....	133
ANEXO 18 - Relatório de ensaio à tração por compressão diametral da mistura T100F aos 7 dias.....	134
ANEXO 19 - Relatório de ensaio à tração por compressão diametral da mistura T100F aos 28 dias.....	135
ANEXO 20 - Relatório de ensaio à tração por compressão diametral da mistura T203F aos 7 dias.....	136
ANEXO 21 - Relatório de ensaio à tração por compressão diametral da mistura T203F aos 28 dias.....	137
ANEXO 22 - Relatório de ensaio à tração por compressão diametral da mistura T304F aos 7 dias.....	138
ANEXO 23 - Relatório de ensaio à tração por compressão diametral da mistura T304F aos 28 dias.....	139
ANEXO 24 - Relatório de ensaio à tração por compressão diametral da mistura T405F aos 7 dias.....	140
ANEXO 25 - Relatório de ensaio à tração por compressão diametral da mistura T405F aos 28 dias.....	141

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 - (a) Viga de concreto simples; (b) viga de concreto armado; (c) fratura da viga de concreto; (d) sistema compósito do concreto armado funcionando.....	20
Figura 2.2 - Classificação dos Materiais Compósitos segundo Agarwal.....	25
Figura 2.3 - Fibras descontínuas; (a) fibras alinhadas e (b) alinhamento aleatório.....	30
Figura 2.4 - Estrutura do mero da celulose.....	33
Figura 2.5 - Estrutura das células ou fibras da madeira simplificada.....	34
Figura 2.6 - Classificação das fibras lignocelulósicas.....	35
Figura 2.7 - Representação esquemática de uma fissura através de fibrocimento reforçado com fibras vegetais.....	47
Figura 2.8 - Ocorrência geográfica espontânea da espécie <i>Euterpe oleracea</i> no Brasil....	52
Figura 2.9 - Ilha do Combu, foto aérea (A) e de moradia ribeirinha típica (B).....	53
Figura 2.10 - Ocorrência do açaizeiro em Belém e anatomia básica da planta.....	54
Figura 2.11 - Seqüência fotográfica da Feira do Açaí no complexo do mercado Ver-o-Peso em Belém.....	55
Figura 2.12 - Anatomia da semente do açaizeiro	57
Figura 2.13 - Evidência das fibras nas sementes pós extração da polpa.....	57
Figura 3.1 - Fotografias ilustrando as amostras preparadas para a observação das fibras de açaí no MEV.....	59
Figura 3.2 - Fotografias ilustrando o processo de metalização das amostras para análise no MEV. (A) as amostras no equipamento de <i>sputtering</i> ; (B) tabela de controle da espessura do filme; (C) amostras recobertas com ouro; e (D) porta-amostras na bandeja de entrada do MEV.....	60
Figura 3.3 - Exemplo de medida das dimensões efetuadas com auxílio de software CAD.....	62
Figura 3.4 - Exemplo de medida do comprimento das fibras.....	63
Figura 3.5 - Fotografias das (A) fibras drenando em peneiras metálicas e (B) água residual do	

cozimento.....	65
Figura 3.6 - Fotografias das (A) fibras sendo pesadas e (B) adição de fibras à pasta de cimento e água.....	66
Figura 3.7 - Fotografias da (A) adição de água ao cimento; (B) adição de fibras à pasta; (C) moldes cilíndricos; e (D) corpos-de-prova prismáticos na forma imediatamente após a moldagem.....	68
Figura 3.8 - Fotografias da (A) argamasseira; (B) fibras e metade d'água; (C) fibras, parte d'água e parte do cimento; (D) mistura completa; (E) adensamento; e (F) corpos-de-prova moldados.....	69
Figura 3.9 - Corpo-de-prova da primeira etapa rompido e da segunda, no momento do ensaio.....	74
Figura 3.10 - Esquema do ensaio prescrito pela NBR 12142/1991.....	76
Figura 3.11 - (A) Esquema do Ensaio de Tração por Compressão Diametral e (B) Corpo-de-prova pronto pro ensaio.....	78
Figura 4.1 - Micrografia do perfil longitudinal da fibra com ampliação de 620x.....	80
Figura 4.2 - À esquerda, um microgrão e, à direita, baixo relevo impresso por outro na superfície da fibra com ampliação de 4441x.....	80
Figura 4.3 - Fibra com configuração longitudinal em “Y” e encontro dos prolongamentos com fissura (no detalhe) com ampliação de 145x.....	81
Figura 4.4 - Visão geral da amostra I (secção transversal) com ampliação de 48x.....	81
Figura 4.5 - Secção transversal com ampliação de 823x.....	82
Figura 4.6 - Lume a partir da secção longitudinal com ampliação de 1633x.....	82
Figura 4.7 - Detalhe do lume cortado longitudinalmente e camadas de microfibrilas visíveis na parte inferior com ampliação de 3265x.....	83
Figura 4.8 - Trecho do lume “suspenso” e evidência do comportamento espiralado, com aumento de 3576x.....	83
Figura 4.9 - Representação esquemática proposta da estrutura morfológica interna simplificada das fibras.....	84
Figura 4.10 - Fibras submetidas ao ensaio da NBR 7220/1987.....	85
Figura 4.11 - Curva termogravimétrica para a fibra da semente do açaizeiro.....	86
Figura 4.12 - Espectro de infravermelho das fibras da semente do açaí.....	88

Figura 4.13 - Algumas dimensões possíveis determinadas com auxílio de software CAD. Fibra real, fibra virtual, larguras médias da seção, larguras médias do lume, área da seção e área do lume.....	90
Figura 4.14 - Imagem escaneada das fibras no papel milimetrado e dimensões obtidas em software CAD. Fibras dispostas no papel milimetrado e dimensões sobre o negativo da imagem.....	91
Figura 4.15 - Histograma da freqüência da classificação do comprimento da fibra de açaí.....	92
Figura 4.16 - Corpos-de-prova Rompidos em Compressão e Detalhe do Desempenho das Fibras.....	98
Figura 4.17 - Corpos-de-prova Rompidos no Ensaio de Tração por Compressão Diametral aos 28 dias (A) e na prensa (B) e dispostos fora do equipamento.....	100
Figura 4.18 - Fotografias do CP2-T304F (A) e do CP2-T203F (B) com o referido defeito.....	100
Figura 4.19 - Microestrutura da fratura dos compósitos evidenciando fibras alinhadas verticalmente.....	103
Figura 4.20 - Microestrutura da fratura dos compósitos evidenciando fibras alinhadas no sentido horizontal.....	103

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 - Propriedades Típicas de Alguns Materiais de Engenharia.....	21
Tabela 2.2 - Avaliabilidade de Algumas Fibras Naturais na Índia e suas Aplicações.....	36
Tabela 2.3 - Propriedades Físicas e Mecânicas de Algumas Fibras Vegetais.....	45
Tabela 2.4 - Produção de Compósitos Cimentícios (Fibrocimento).....	49
Tabela 3.1 - Composição das Misturas Cimentícias – I.....	68
Tabela 3.2 - Composição das Misturas Cimentícias – II.....	70
Tabela 4.1 - Dimensões das fibras de açaí.....	91
Tabela 4.2 - Relações entre as dimensões da fibra de açaí.....	92
Tabela 4.3 - Massa Específica, Porosidade Aparente e Absorção de Água da Primeira Batelada de Compósitos.....	94
Tabela 4.4 - Massa Específica, Porosidade Aparente e Absorção de Água da Segunda Batelada de Compósitos.....	94
Tabela 4.5 - Resistência à Compressão Axial da Primeira Batelada Compósitos.....	96
Tabela 4.6 - Resistência à Compressão Axial da segunda batelada de compósitos.....	97
Tabela 4.7 - Resistência à Tração na Flexão aos 7 Dias.....	99
Tabela 4.8 - Resistência à Tração por Compressão Diametral.....	99

I - INTRODUÇÃO

As alterações ocorridas na biosfera em função da extração, utilização e degradação dos recursos naturais ao longo da evolução humana têm gerado uma corrida em busca de soluções para que se fomente uma nova era evolutiva, com a plena conscientização e prática de desenvolvimento sustentável. Nos países mais desenvolvidos, em função do nível mais alto de degradação destes recursos, têm-se políticas ambientais bastante desenvolvidas amparadas por uma legislação rígida.

Neste contexto, o papel da Engenharia de Materiais é de inovação tecnológica a fim de ampliar as opções de insumos materiais em função justamente do desenvolvimento sustentável. Projetos de engenharia devem atualmente levar em conta aspectos ambientais, visando à redução dos impactos ambientais desde a extração de recursos – que preferencialmente devem ser renováveis – até a degradação do material final processado quando de seu descarte. Um projeto de produção em série também precisa preferencialmente empregar o conceito de desenvolvimento em interdisciplinaridade com a responsabilidade social e levar em conta formas de inserção da demanda da mão-de-obra em contrapartida ao declínio social, consequente do processo de industrialização na evolução da humanidade.

A aplicação de novos materiais oriundos de fontes renováveis vem se tornando cada vez mais freqüente e algumas iniciativas bem sucedidas com relação à qualidade do produto e à responsabilidade social tem se tornado referência. Um exemplo é o caso da indústria automobilística da Alemanha e do Brasil que utiliza compósitos reforçados com fibras vegetais como material de estofamento de assentos dos automóveis europeu Mercedes Classe E e brasileiro Mercedes Classe A, fabricados pela Daimler Chrysler. O automóvel fabricado no Brasil utiliza fibras da casca do coco, subproduto das indústrias alimentícia e cosmética, aglutinadas em borracha natural, o látex – polímero natural obtido a partir da seringueira (*Hevea brasiliensis*) como estofamento devido a características análogas às de espumas

tradicionais^[1]. Um outro exemplo é o projeto desenvolvido pela Agência Americana para Desenvolvimento Internacional (*United States Agency for International Development*) em Georgetow, na Guiana, que trata sobre a extração de fibra de coco (*cocos nucifera*) para produtos de jardinagem, tais como vasos autodrenantes, berçários para germinação de sementes e misturas nutritivas para solos de plantio^[1, 2, 3].

A utilização das fibras vegetais como materiais é muito antiga, sendo utilizadas sua forma primitiva na produção manual de utensílios variados desde 3.000 a.C. É crescente o número de publicações científicas sobre a utilização de fibras vegetais como materiais de engenharia. Há estudos sobre a utilização de fibras de sementes como o algodão; fibras de caule como a juta o linho e o cânhamo; fibras de folhas como a bananeira, o sisal, a piaçava, o curauá; fibras de fruto como o coco; e fibras de raiz como o zacatão e a mandioca, entre outras. O uso das fibras da casca de coco em novos materiais é bastante disseminado para a produção de produtos variados, de tapetes de porta e mantas geotêxteis para contenção de taludes escavados e margens de aquíferos à tecidos e acessórios vestuários, além dos exemplos supracitados. As fibras de sisal (*Agave sisalana*), componente tradicional de tapetes e cordas, estão sendo muito estudadas na substituição do amianto das tradicionais telhas de fibrocimento, que ainda são a mais comum e econômica solução de cobertura para habitação popular. Há de se atentar que a utilização dessas fibras vegetais no fibrocimento é sanitariamente correta, pelo fato de o amianto, nome comercial do silicato natural hidratado de cálcio e magnésio, de textura fibrosa, ser um mineral nocivo que pode causar asbestose – pneumoconiose provocada pela inalação de partículas de asbesto – em seres humanos e que pode ocorrer tanto no seu processo de fabricação como na instalação das telhas por operários ou ainda na exposição ao risco de contaminação da água de consumo humano quando reservadas em caixas d’água de cimento-amianto comercializada popularmente por muitos anos^[4, 5, 6]. Para o caso das fibras de sisal, as possibilidades para o Brasil, especialmente para o Norte e o Nordeste do país, são várias devido à extensa variedade de espécies de sua flora, resíduos de algumas indústrias – e.g. as de água e óleo de coco, cana-de-açúcar, extração de palmito – e a mão-de-obra ociosa de regiões isoladas pouco desenvolvidas. Na Amazônia brasileira, há exemplos especiais, além das fibras de coco há o curauá (*Bromelia plumieri*), bromeliácea de onde é extraída a fibra que é processada como polpa ou pasta celulósica para fabricação de papel pela Amazon Paper, fábrica do POEMAtec – extensão do POEMA – em Ananindeua, região metropolitana de Belém. Há ainda diversas espécies com potencial para extração de fibras, e.g. palmeiras de açaí (*Euterpe oleracea* Mart.) e de buriti (*Mauritia*

vinifera Mart.)^[7, 8].

O presente trabalho visa contribuir para a área de materiais compósitos reforçados com fibras, experimentando de modo inédito a possibilidade de utilização de fibras vegetais oriundas do subproduto da extração da polpa de açaí, fruto da estirpe *Euterpe oleracea*, como material alternativo para o setor de construção civil. Salienta-se que no processo de extração para comercialização de seus consumíveis primários, o fruto e o palmito, há uma grande geração de resíduos que precisam de uma destinação adequada. A *Euterpe oleracea* Mart. é uma palmeira abundante nos estuários de rios, em terrenos de várzea, igapós e terra firme, da região Norte e na parte amazônica nordestina na transição da área de divisa territorial dos estados do Pará e Maranhão, tendo suas maiores reservas naturais no Estado do Pará. A extração da polpa comercial do fruto, para consumo como alimento humano, é efetuada por meio do esmagamento e posterior filtração através de peneira. Consiste em um processo que envolve a adição de água em quantidades variadas, que depende da qualidade do produto que se quer obter em uma graduação de viscosidade. O suco, ou vinho de açaí, é um alimento muito comum semi-industrializado em mesoregiões do Norte. Existem máquinas mecânicas de pequeno porte em vários pontos comerciais de todos os bairros de Belém, capital do Pará. O litro do produto no ano de 2006 custava de R\$ 3,00 a R\$ 9,00 – em média em Belém – e chegava a R\$ 0,30 em micro regiões de vilas e povoados de municípios mais isolados da Amazônia paraense^[8, 9].

Neste trabalho, investigou-se a possibilidade de utilização das fibras obtidas da semente do açaí a partir do processo de despolpação do fruto em compósitos cimentícios, os quais podem ser empregados para fins diversos, como telhas, placas (ou painéis de vedação), pisos intertravados, concretos e concretos pré-moldados de cimento Portland. O estudo envolveu aspectos relacionados à determinação de propriedades da fibra e à proporção adequada de fibra em relação ao cimento Portland, além de ensaios mecânicos e físicos para avaliação do desempenho do material final como fibrocimento.

II – FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

2.1 – Aspectos Gerais Sobre os Materiais Compósitos

2.1.1 – Definição

Pelo fato da ainda recente necessidade do desenvolvimento de novos materiais industrializados que combinem propriedades de materiais já existentes, estes novos materiais chamados de materiais compósitos não possuem ainda um conceito definitivo ou globalizado, embora este tipo de material seja utilizado pela humanidade desde o princípio da civilização.

Segundo Jones^[10] materiais compósitos são “dois ou mais materiais combinados em escala macroscópica formando um terceiro material”. Já Schwartz^[11] considera que “um material compósito é um sistema composto de materiais resultante de uma mistura ou combinação de dois ou mais macroconstituintes diferentes em forma e/ou composição e que são essencialmente insolúveis entre si”. Jastrzebski^[12] conceitua de uma forma bem sucinta, “materiais compósitos são aqueles constituídos de pelo menos dois diferentes tipos de materiais de tal forma a assegurar as propriedades ótimas (do material formado)”. Da mesma forma, bem generalizada, Callister^[13] considera materiais compósitos como sendo “qualquer material multifásico que exiba uma proporção significativa das propriedades de ambas as fases que o constituem, de tal modo que é obtida uma melhor combinação de propriedades”. De acordo com Agarwal^[14] em uma definição simples, a palavra compósito significa “constituído de duas ou mais partes distintas”, e ainda, “compósitos consistem em uma ou mais fases descontínuas imbebidas em uma fase contínua. A fase descontínua é normalmente mais dura e resistente do que a fase contínua e é chamada de material de reforço, enquanto que a fase contínua é chamada de matriz”. O autor atenta ainda para o que chama de exceção, que seria a classe de materiais conhecida como polímeros de borracha-modificada, que consistem em uma matriz rígida de polímero preenchida com partículas de borracha. Jones^[10]

e Schwartz^[11] dão ênfase ao caráter macroscópico dos materiais que constituem os compósitos, pois se assim não fosse, as ligas metálicas e os copolímeros, por exemplo, deveriam ser então chamados de materiais compósitos. Para não permitir entendimentos precipitados que tornariam todas as concepções prévias que já se conhece nulas sobre vários tipos de materiais, faz-se necessário outras ponderações, as quais estes referidos autores mencionam como “caráter macroscópico”, haja vista que em ligas metálicas, por exemplo, também há uma divisão de desempenhos no sistema entre os constituintes da mistura. Em seguida, o que mais se necessita definir no conceito de materiais compósitos é que o “material final é oriundo da combinação de propriedades de materiais conhecidas, com a finalidade de se produzir um novo material ideal para uma aplicação específica”.

Já que o material compósito é constituído de dois ou mais materiais conhecidos, por que não chamá-los de materiais compostos? Nesse questionamento está fundamentado o raciocínio para a concepção ideal do conceito dos materiais compósitos. Não se chama compostos pelo fato de que estes materiais não são formados simplesmente por dois ou mais materiais, mas há um porquê que determina a combinação de materiais, que é o funcionamento do material final como um sistema que combina as propriedades dos materiais constituintes.

2.1.2 – O Sistema Compósito e suas Propriedades

Para uma melhor compreensão do que consiste um material compósito, em termos do funcionamento do seu desempenho mecânico, é preciso que se tenha a pré-concepção de que se deve entender este novo material como um sistema. O sistema compósito funciona de acordo com a combinação das propriedades da matriz e do material de reforço.

As propriedades dos materiais compósitos são fortemente influenciadas pelos materiais constituintes, suas concentrações e distribuições e por todas as interações por estes geradas dentro do sistema. As propriedades do material compósito podem ser uma relação matemática de percentuais das propriedades dos materiais constituintes, ou estes materiais constituintes podem interagir de forma sinérgica tal que proporcione propriedades no sistema compósito, não estimáveis numericamente considerando simplesmente os volumes percentuais dos materiais constituintes^[14].

O funcionamento do sistema compósito é determinado pelos materiais constituintes,

em função das propriedades destes de forma mútua. O reforço – que é concebido como um material de estrutura – geralmente determina a forma geométrica do material compósito e também a densidade e a distribuição volumétrica específica que preferencialmente deve tender à homogeneidade. Há exceções, e.g. compósitos laminares. Contudo, é possível se obter dois materiais compósitos diferentes constituídos por reforços de geometrias idênticas. O reforço de um sistema compósito pode ser função da sua concentração simples ou em termos mais complexos, como o arranjo da distribuição espacial orientada. As combinações geradas pela especificação dos materiais constituintes e do processo de manufatura determinam as propriedades dos materiais compósitos^[14].

Talvez o exemplo mais clássico de material compósito seja o *concreto de cimento Portland* – ou CCP. O concreto comum, de construção, constituído pela tríade cimento hidráulico, agregados muídos e graúdos, ou seja, cimento Portland, areia e cascalhos ou pedras. Atrelado ao CCP tem-se uma infinidade de variações de concretos também da construção civil – já que novas combinações surgiram em respostas aos novos desafios da engenharia –, como os concretos para execução de simples fundações superficiais até os concretos de alto-desempenho com sistema de articulação estrutural usados em pontes, com elementos de neoprene, nas modernas pontes projetadas para suportar terremotos. Outro exemplo de concreto muito comum é o CBUQ, Concreto Betuminoso Usinado à Quente, mais comumente conhecido como asfalto, com subvariações à parte, mas muito presente no dia-a-dia.

Uma combinação ideal de um sistema compósito pode ser ilustrada através da Figura 2.1, onde se tem uma viga de concreto armado – concreto de cimento Portland (CCP) e armadura de aço – com um carregamento central **F**. O CCP fraturaria facilmente, enquanto que quando da sua combinação com a armadura de aço há a combinação ideal de propriedades, compondo a propriedade do material compósito. O concreto resiste com excelência à compressão, enquanto que os esforços de tração do sistema são suportados integralmente pela armadura de aço, um reforço.

Jones^[10] também discorre sobre as possibilidades de combinações resultantes considerando-se as melhores propriedades de cada material no compósito como um todo, apontando que o sucesso do compósito, ou seja, o sucesso da perfeita combinação de propriedades em função da forma como fora arranjado o sistema, é definido pelo bom projeto de manufatura do produto final. Este autor cita como algumas propriedades que se pode combinar com o processo de materiais compósitos a fim de se obter um material de

engenharia ideal para uma aplicação específica:

- Resistência mecânica;
- Dureza;
- Resistência à fadiga;
- Resistência à corrosão;
- Resistência à abrasão;
- Densidade;
- Isolamento ou condutividade térmica;
- Isolamento acústico
- Magnetismo (para compósitos com metais).

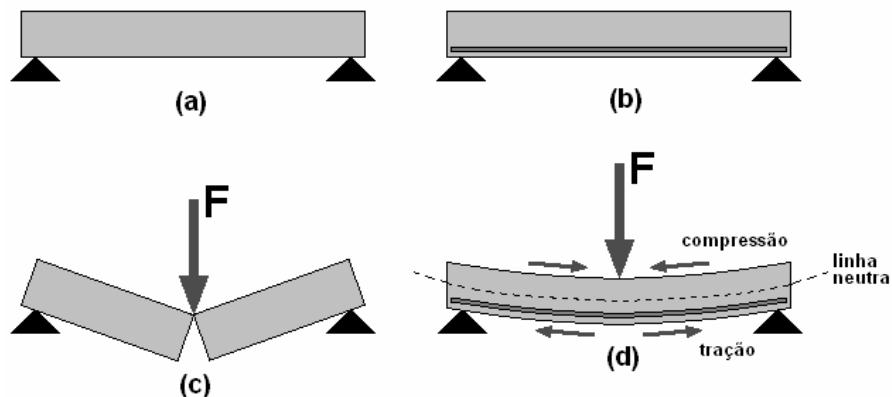


Figura 2.1 – (a) Viga de concreto simples; (b) viga de concreto armado; (c) fratura da viga de concreto; (d) sistema compósito do concreto armado funcionando.

Na Tabela 2.1, a seguir, pode-se comparar as propriedades típicas de alguns materiais de engenharia produzidos em escala industrial, incluindo alguns dos compósitos mais comuns. Nota-se, a partir da Tabela 2.1, que os compósitos apresentam ótimas propriedades em relação aos outros materiais. De uma forma geral, a partir da manufatura desses novos materiais é possível reduzir mais de 50% a densidade em relação aos metais, elevando-se muito o módulo de elasticidade e a resistência à tração em relação aos polímeros. Comparando-se a liga de alumínio 6061-T6 com o compósito de resina epóxi reforçada com fibra de vidro, observa-se a redução pela metade da densidade mantendo-se o módulo de elasticidade praticamente inalterado e aumentando-se cerca de quatro vezes a tensão de ruptura.

Segundo Mazumdar^[15] o custo por peso dos materiais compósitos é muito maior que para materiais tradicionais. Por exemplo, é em torno de cinco a vinte vezes maior, comparado ao aço e ao alumínio. A seguir estão alguns custos por quilo de alguns materiais:

- fibra de vidro = US\$ 2,00 a US\$ 17,00/kg;
- fibra de carbono = US\$ 17,00 a US\$ 88,00/kg;
- resina epóxi = US\$ 3,30/kg;
- *prepreg* carbono/epóxi = US\$ 26,45 a US\$ 132,30/kg;
- aço = US\$ 0,45 a US\$ 2,20/kg;
- alumínio = US\$ 1,30 a US\$ 2,20/kg.

Tabela 2.1 – Propriedades Típicas de Alguns Materiais de Engenharia.

Material	Densidade (g/cm³)	Módulo de Elasticidade (GPa)	Resistência à Tração (GPa)	Módulo Específico (E/densidade)	Resistência Específica (resist./densidade)	Temperatura Máxima de Serviço (°C)
Metais						
Ferro fundido, grau 20	7,0	100	0,14	14,3	0,02	230 — 300
Aço, AISI 1045	7,8	205	0,57	26,3	0,073	500 — 650
Alumínio 2024-T4	2,7	73	0,45	27,0	0,17	150 — 250
Alumínio 6061-T6	2,7	69	0,27	25,5	0,10	150 — 250
Polímeros						
Nylon® 6/6	1,15	2,9	0,082	2,52	0,071	75 — 100
Polipropileno	0,90	1,4	0,033	1,55	0,037	50 — 80
Epóxi	1,25	3,5	0,069	2,80	0,055	80 — 215
Fenólico	1,35	3,0	0,006	2,22	0,004	70 — 120
Cerâmicas						
Alumina	3,80	350	0,17	92,1	0,045	1425 — 1540
MgO	3,60	205	0,06	56,9	0,017	900 — 1000
Compósitos de Fibras Descontínuas						
Fibra epoxi (35%)	1,90	25,0	0,30	8,26	0,16	80 — 200
Fibra poliéster (35%)	2,00	15,7	0,13	7,25	0,065	80 — 125
Fibra nylon (35%)	1,62	14,5	0,20	8,95	0,12	75 — 110
Fibra nylon (60%)	1,95	21,8	0,29	11,18	0,149	75 — 110
Compósitos Unidirecionais						
Fibra de vidro/epoxi (45%)	1,81	39,5	0,87	21,8	0,48	80 — 215
Carbono/epoxi (61%)	1,59	142,0	1,73	89,3	1,08	80 — 215
Aramida (Kevlar®)/epoxi (53%)	1,35	63,6	1,10	47,1	0,81	80 — 215

Fonte: Mazumdar^[15].

Porém, é fundamental lembrar que a densidade de metais é comumente muito maior

que a de materiais compósitos e que estes últimos são produzidos em larga escala, tornando então a sua produção plenamente viável em um leque de aplicações.

A concentração dos materiais constituintes, responsável direta pela densidade dos materiais compósitos, é normalmente mensurada em termos de percentual de volume ou peso dos mesmos. A contribuição de um único constituinte nas propriedades do material compósito é determinada principalmente por esse parâmetro, a qual pode ser controlada através de variações no processo de fabricação. As concentrações de materiais constituintes como partes em uma matriz representam a homogeneidade ou uniformidade do sistema. A homogeneidade do material compósito é uma característica importante que determina a extensão na qual um volume representativo de material – quer matriz, quer reforços – pode diferenciar em propriedades físicas e mecânicas a partir das propriedades que se referem ao material compósito, ou seja, as propriedades do sistema. Baixas concentrações pontuais devem ser evitadas, pois a não-uniformidade prejudica as propriedades que são governadas pela interação reforço/matriz^[14].

A orientação do reforço influencia diretamente a isotropia do sistema compósito. Quando o reforço está na forma de partículas, com todas as dimensões aproximadamente iguais, o material compósito comporta-se essencialmente como um material isotrópico, cujas propriedades independem da direção. Quando as dimensões do reforço são desiguais, o material compósito pode ainda se comportar como um material isotrópico, desde que o reforço possa ser disposto aleatoriamente, como por exemplo, o caso de compósitos reforçados com fibras curtas. Dependendo do processo de fabricação (por exemplo, por extrusão) é possível induzir a orientação do reforço gerando anisotropia. Em compósitos reforçados com fibras contínuas, como compósitos unidirecionais ou laminares, a anisotropia pode ser desejada e obtida através da escolha do processo de fabricação adequado^[14].

A distribuição da concentração das partículas ou fibras refere-se às suas relações espaciais, umas em relação às outras. Há a possibilidade de as partículas estarem dispersas uniformemente em um material compósito e alocadas em posições regulares sem que duas unidades de reforços se toquem. Em contrapartida, é aceitável supor que a dispersão do reforço se dê de uma forma tão bem arranjada que estas formem uma cadeia tal qual uma trama, com as partículas ligadas todas umas às outras numa trilha contínua dispersa espacialmente. Isso se dá quando ocorre a menor taxa possível de empacotamento do reforço, podendo-se fazer uma analogia ao fator de empacotamento das células unitárias de arranjos atômicos cristalinos. Tal como uma rede, a dispersão pode influenciar significativamente as

propriedades elétricas dos materiais compósitos. Um exemplo interessante de um caso desse tipo é a dispersão da grafita em borracha sintética. Acima de uma concentração de 10% a condutividade elétrica deste material compósito aumenta notavelmente, a qual é atribuída à formação da rede do reforço de grafita^[14].

A facilidade de se manipular as propriedades dos materiais compósitos juntamente com o potencial de industrialização fazem com que estes materiais sejam muito importantes para o desenvolvimento da humanidade, somando-se ainda ao caráter financeiro e possibilidade de utilização de materiais ecologicamente corretos, a fim de minimizar os impactos ambientais, como materiais naturais. Estes últimos podem vir a ser os materiais que irão ditar o rumo da evolução dos materiais compósitos.

2.1.3 – Classificação e Principais Tipos de Materiais Compósitos

Ainda não há uma classificação universal oficial dos materiais compósitos. Existem vertentes acadêmicas que agrupam os compósitos de acordo com sua forma, processo, tipo de matriz, tipo de reforço, entre vários outros critérios. O que faz com que se tenha uma considerável variedade de classes distintas entre si. Segundo Clyne, Schwartz e Ferrante apud Gil^[16], os materiais compósitos podem ser classificados de acordo com o constituinte da matriz em: compósitos de matriz polimérica (CMP); compósitos de matriz metálica (CMM); e, compósitos de matriz cerâmica (CMC). Onde os CMP são interessantes por sua leveza e baixo custo, os CMM por suas propriedades mecânicas e os CMC por sua resistência a altas temperaturas e resistência ao desgaste. Ou ainda os materiais compósitos podem ser classificados segundo a natureza e disposição do reforço (geralmente fibras, escamas ou partículas) no interior da matriz em: compósitos fibrosos, compósitos particulados, compósitos escamados e compósitos laminares. Ou ainda, a classificação pode se dar quanto à forma do reforço, que se apresenta como partículas, *whiskers* e fibras contínuas ou descontínuas, lâminas e escamas. Designando-se assim os materiais compósitos em: compósitos fibrosos, compósitos particulados, compósitos escamados e compósitos laminares.

Segundo Jones^[10] os quatro tipos de materiais compósitos são os seguintes: materiais compósitos reforçados com fibras, que consiste em um sistema composto por fibras em uma matriz; materiais compósitos laminados, formado por camadas de vários materiais; materiais compósitos particulados, que é um sistema com partículas em uma matriz; e combinações de

alguns ou dos três tipos anteriores, também chamados por alguns autores de compósitos híbridos, normalmente quando há mais de um reforço. Já Agarwal^[14] agrupou os materiais compósitos a partir de dois grandes grupos e respectivos subgrupos, com mecanismo de reforços semelhantes, como está esquematizado na Figura 2.2. Segundo este autor, o mecanismo de reforço depende fortemente da geometria do reforço, o que faz com que seja conveniente agrupar, ou seja, classificar, os materiais compósitos com referência a mais representativa unidade de reforço.

O critério básico para a classificação da Figura 2.2 é a diferença entre os dois tipos de reforço, partícula e fibra. Onde tem-se que uma partícula é naturalmente não-fibrosa, podendo ser esférica, cúbica, tetagonal, escamada ou quaisquer outras formas regulares ou irregulares, sendo que a forma sempre será possível de se aproximar por abstrações matemáticas, que se aproximam das quatro formas supracitadas. A fibra, por sua vez, é caracterizada pelo seu comprimento ser muito maior que a sua secção transversal^[14].

Em função do escopo do presente trabalho, comentar-se-á somente materiais compósitos fibrosos.

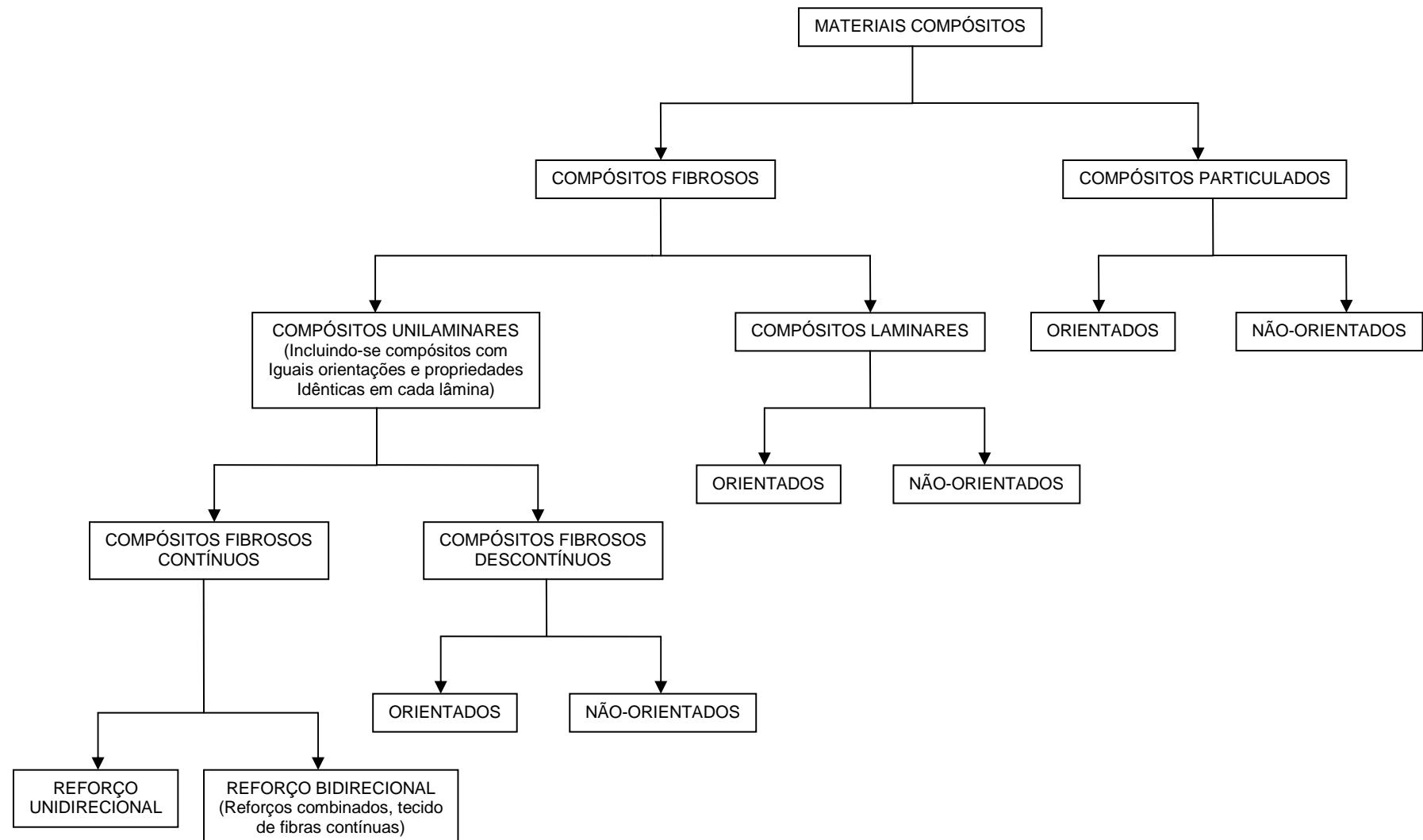


Figura 2.2 – Classificação dos materiais compósitos segundo Agarwal^[14].

2.1.3.1 – Materiais Compósitos Fibrosos

A tecnologia atual de produção de materiais considera que os compósitos mais importantes são aqueles que possuem como matéria-prima para reforço as fibras. Pois, como uma característica inerente de todos os materiais, com atenção especial aos mais frágeis, uma fibra com diâmetro pequeno é muito mais rígida e resistente do que o mesmo material em forma bruta [10, 11, 12, 13, 14, 15].

É consenso que a resistência da maioria dos materiais determinada experimentalmente é muito menor (por algumas ordens de magnitude) que sua resistência teórica. A discrepância entre esses valores de resistência é creditada à presença de imperfeições ou falhas inerentes do material. Mas, como gerar falhas é inerente à produção artificial e, logo, estas sempre estarão presentes em materiais desenvolvidos pelo homem, opta-se na concepção do projeto por resistências superdimensionadas. É prometedor para a resistência do material falhas em forma de fraturas perpendiculares à direção das cargas aplicadas. Portanto, fazendo-se uma comparação das resistências dos materiais frente ao carregamento mecânico, as fibras sintéticas de materiais poliméricos exibem resistências muito maiores, ao longo de seus comprimentos, haja vista que as falhas inerentes ao material estarão presentes, porém minimizadas em função das pequenas dimensões da seção transversal das fibras. No caso de materiais poliméricos a orientação da estrutura molecular é responsável por altas resistências e rigidez. As propriedades de alguns tipos comuns de fibras são tão boas quanto às de alguns materiais convencionais, o que expressa a importância das fibras como fomentadora de altas resistências em materiais compósitos. A alta resistência das fibras de vidro é atribuída à superfície livre de defeitos, ao passo que fibras de grafite ou aramida alcançam suas resistências como um resultado da melhoria na orientação das suas estruturas atômicas ou moleculares. O mais importante reforço fibroso é a fibra de vidro em função do seu relativo baixo custo, mesmo sendo as fibras de boro, de grafite e as fibras poliméricas de aramida (Kevlar 49®) superiores em rigidez. Destas últimas, as fibras de grafite oferecem a maior variedade em função da facilidade do controle de sua estrutura [14].

As fibras, em função das suas pequenas dimensões de seção transversal, não são usadas diretamente em aplicações de engenharia. Elas são imbebidas em matrizes para formar compósitos fibrosos. A matriz compõe o sistema compósito aglomerando as fibras umas às outras, transferindo carregamentos para as fibras e protegendo-as contra o ataque do ambiente e

avarias devido ao manuseio. Em compósitos fibrosos descontínuos, a função de transferência de carga da matriz é mais crítica que em compósitos fibrosos contínuos. Em função de os compósitos fibrosos proporcionarem altas resistências estes se tornaram a classe de materiais mais importante industrialmente.

Os compósitos fibrosos podem ser classificados de forma sucinta como, compósitos unilaminares ou multilaminares. Compósitos multilaminares podem de fato ser constituídos de várias lâminas, com cada lâmina possuindo as mesmas orientações e propriedades ou não. No caso de compósitos sem lâminas distintas, constituídos de fibras descontínuas, ainda que a orientação planar das fibras possa não ser uniforme ao longo da largura/espessura, podem ser classificados como compósitos unilaminares e não necessariamente serem chatos (esbeltos). No caso de compósitos fabricados como mantas não-tecidas (do inglês *mats*), e.g. feltro, a orientação aleatória é constante em cada camada e o compósito resultante seria unilaminar, mesmo que uma camada rica em resina se encontre entre cada lâmina de reforço.

Muitos compósitos usados em aplicações estruturais são laminados, i.e. consiste em várias lâminas de compósitos fibrosos. Cada camada ou lâmina é um compósito unilaminar e sua orientação varia de acordo com o projeto. Cada lâmina do compósito é usualmente delgada, tipicamente com uma espessura em torno de 0,1 mm e, em função disso, não é usada isoladamente. Várias lâminas iguais ou diferentes são sobrepostas para formar um compósito laminado adequado para aplicações de engenharia. Quando os materiais constituintes em cada lâmina são os mesmos, estes são chamados simplesmente de laminados. Laminados híbridos são laminados constituídos de lâminas feitas de materiais constituintes distintos. A lâmina única de um compósito unilaminar representa um bloco de construção básico para sua aplicação estrutural [14].

As fibras em compósitos unilaminares, inclusive blocos, podem ser curtas ou longas. Reforços de fibras longas determinam compósitos reforçados com fibras contínuas e os de fibras curtas, compósitos reforçados com fibras descontínuas. Uma distinção consequente é que compósitos de fibras descontínuas podem ser considerados os únicos em que o comprimento da fibra afeta as propriedades do compósito, pois nos compósitos de fibras contínuas pode-se assumir que a resistência mecânica cabe às fibras e que estas, alinhadas na direção do carregamento, são o principal material de sustentação de cargas. Esta última apropriação é particularmente válida quando fibras de elevados módulos de elasticidade são usadas em alta

concentração. Nesse contexto, observa-se que a matriz não tem como principal propósito sustentar cargas, i.e. desempenhar uma função estrutural, mas aglomerar e proteger superficialmente as fibras^[14].

Ainda sobre as fibras em compósitos de uma só lâmina, chama-se reforço fibroso unidirecional o compósito que tem suas fibras contínuas todas alinhadas em uma direção. Em muitos casos de manufatura destes compósitos as fibras são dispostas lado a lado, paralelamente, e saturadas com resinas poliméricas, e.g. poliéster ou epóxi, que mantém as fibras em suas posições desempenhando função de material de matriz. Este tipo de material compósito, com fibras pré-impregnadas, são chamados de *prepregs*^[14]. Todavia o reforço contínuo em lâmina única pode também se dar em uma segunda direção, a fim de prover propriedades mais balanceadas. O reforço bidirecional em uma camada única de compósito pode se dar em direções perpendiculares mútuas, em forma de tramas, podendo inclusive as resistências em duas direções perpendiculares serem aproximadamente iguais. Em algumas aplicações um mínimo de reforço perpendicular à direção primária é provido somente para prevenir danos e promover a separação das fibras quando do desempenho devido à baixa resistência na direção transversal – haja vista que a resistência transversal é muito menor que a resistência na direção do reforço primário.

2.1.3.2 – Compósitos Com Fibras Descontínuas

A maioria dos compósitos desenvolvidos para aplicações de engenharia é reforçada com fibras descontínuas. A partir do pressuposto de que os compósitos fibrosos têm como característica transmitir os esforços para o reforço, no caso genérico de uma fibra que não atravesse todo o comprimento do corpo do material compósito, a ligação entre a matriz e a fibra nas extremidades da fibra não executa a transferência dos esforços gerados na matriz. Os esforços podem ser transmitidos por deformação plástica ou elástica da matriz naqueles pontos, i.e. nas extremidades da fibra. Logo, a distribuição de tensões não se dá de forma homogênea ao longo do comprimento da fibra descontínua^[12]. A partir dessas considerações tem-se uma série de possibilidades de parâmetros matemáticos para projetos de compósitos com reforço de fibras descontínuas, por exemplo, em função do comprimento crítico das fibras, que se dá de forma inerente a cada conjunto fibra/matriz e ao mesmo tempo é mínimo para influenciar no

desempenho do sistema compósito.

O comprimento crítico (ℓ_c) das fibras é dado por ^[13]:

$$\ell_c = \sigma^*_f \times d / 2\tau_c \quad (2.1)$$

onde:

d = diâmetro da fibra;

τ_c = tensão limite de escoamento cisalhante da matriz; e,

σ^*_f = limite de resistência à tração.

Sabe-se também, que o sistema compósito terá um adequado desempenho em termos de resistência se, e somente se, o módulo de elasticidade da fibra for maior que o da matriz e se os esforços aplicados no material puderem ser transferidos para as fibras, caso contrário a resistência do material final será reduzida em função de a matriz suportar então a maior proporção de esforços aplicados. Portanto, no caso das fibras a resistência ideal é alcançada quando as mesmas encontram-se alinhadas com o eixo da tensão aplicada. Logo, para compósitos com fibras descontínuas, deve haver uma ótima dispersão espacial do reforço afim de que sempre haja um número razoável de fibras, o mais homogêneo o possível, em todas as direções ^[12]. É válido salientar que a obtenção da dispersão ideal para compor um material com esta homogeneidade está intrinsecamente ligada ao processo de fabricação. Pode-se dizer ainda para o caso onde o percentual do reforço seja muito maior que o da matriz, a tendência é que as propriedades do material final sejam similares às verificadas nos desempenhos do material do reforço em questão, e.g. a densidade do material compósito quando da utilização de fibras vegetais é menor que a densidade do cimento Portland isolado.

Quanto à orientação, que no caso das fibras descontínuas é de difícil controle na manufatura, na maioria dos casos as fibras assumem orientação aleatória. Fibras curtas, muitas vezes se referem às fibras talhadas (cortadas mecanicamente), que podem ser aplicadas a ar comprimido simultaneamente com uma resina líquida contra um molde, para a produção de plásticos reforçados estruturalmente, como ocorre com a fibra de vidro. Uma outra alternativa de produção industrial de fibras curtas é aglutiná-las com mecanismos de ligação em prensa, são os chamados *mats*, que em português poderia ser neologizado por *mantas não-tecidas*, obtidas a partir de fibras que se agrupam à saída de uma máquina, formando uma unidade contínua de

espessura constante e com a largura de projeto determinada por essa máquina, através de ações bilaterais de calor, umidade, substâncias químicas e pressão, gerando um material final similar a um tecido, porém sem tramas entre as fibras, e.g. filtros e mantas. Segundo Agarwal^[14] em todos estes processos as fibras descontínuas alocam-se em paralelo ao plano da superfície do molde, de forma aleatória, logo compósitos com reforço de fibras descontínuas podem ser isotrópicos. As fibras descontínuas também podem ser combinadas com resinas, como reforço de um compósito de produção em moldes. Na produção de compósitos, quando da compressão no molde ou extrusão, pode-se induzir a orientação dessas fibras em paralelo ao fluxo de material durante o processo em questão, obtendo-se assim um sistema compósito com orientação preferencial, não isotrópicos. Suas propriedades dependem dentre outros do grau de orientação preferencial atingido durante o processo de manufatura.

Em relação à orientação mencionada, há duas possibilidades extremas, que pode se dar com um alinhamento das fibras em paralelo e na direção do eixo longitudinal das mesmas, ou um alinhamento totalmente aleatório, também chamado de randômico. A Figura 2.3 mostra as duas possibilidades de arranjos para fibras descontínuas, onde tem-se em (a) o alinhamento paralelo das fibras na direção do eixo das mesmas e (b) o alinhamento totalmente aleatório^[13].

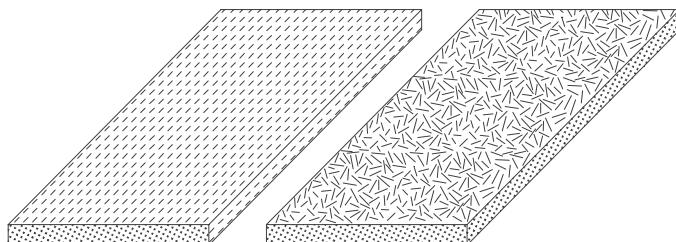


Figura 2.3 – Fibras descontínuas. (a) fibras alinhadas e (b) o alinhamento aleatório^[13].

2.1.3.3 – Compósitos com Fibras Descontínuas e Alinhadas

Mesmo sendo a eficiência do reforço, como mencionado anteriormente, menor para as fibras descontínuas em relação às contínuas, os compósitos com fibras descontínuas e alinhadas estão se tornando cada vez mais importantes no mercado comercial. Como por exemplo, no caso do uso de fibras de vidro picadas, bem como de carbono e aramida, onde este tipo de compósito é

produzido com módulo de elasticidade e resistência à tração que se aproxima de 50% a 90% dos seus análogos com fibras contínuas [13].

Levando-se em conta o comprimento crítico, já mencionado, e uma distribuição uniforme das fibras onde o comprimento médio destas é maior que o crítico, para um compósito com fibras descontínuas e alinhadas a resistência longitudinal pode ser obtida a partir da relação matemática similar a Equação 2.1. Entretanto, as fibras descontínuas e alinhadas são normalmente induzidas em compósitos de fibras sintéticas, como as fibras vegetais são comumente orientadas de forma aleatória por motivos óbvios.

2.1.3.4 – Compósitos com Fibras Descontínuas e Aleatoriamente Orientadas

Para o caso de fibras descontínuas aleatoriamente orientadas como reforço de compósitos, normal às fibras vegetais por sua produção simples, obtém-se o módulo de elasticidade do material final através de uma expressão de “regra de misturas”, da seguinte forma [13]:

$$E_{cd} = (K \times E_f \times V_f) + (E_m \times V_m) \quad (2.2)$$

onde:

E_{cd} = módulo de elasticidade do material compósito;

K = parâmetro de eficiência da fibra (que depende de V_f e da razão E_f / E_m);

E_f = módulo de elasticidade da fibra;

E_m = fração volumétrica da matriz;

V_f = fração volumétrica de fibras; e,

V_m = fração volumétrica da matriz.

Note-se a variável K , que representa um parâmetro de eficiência da fibra, sua magnitude é sempre menor que a unidade – geralmente no intervalo entre 0,1 e 0,6 – e, para um reforço com fibras aleatórias o módulo aumenta de acordo com uma proporção específica da fração volumétrica das fibras, exatamente como ocorre para as fibras orientadas.

Logo, pode-se concluir que em relação à orientação e ao comprimento da fibra para um compósito para uma específica aplicação, deverá considerar o nível e a natureza da tensão a qual este material estará sujeito e, não menos importante, os custos de processamento. No caso de

aplicações nas quais as tensões são aplicadas de forma multidirecional deve-se optar por um compósito com fibras descontínuas e aleatoriamente orientadas, pois estes possuem características mecânicas isotrópicas^[13].

2.2 – Os Materiais Compósitos com Fibras Vegetais

Ultimamente ouve-se muito falar em “produtos verdes”, que são os que de alguma forma levam em conta uma ou mais atitudes ecologicamente corretas, quer no processamento, na economia de materiais ou na reciclagem, entre uma infinidade de modos alternativos de contribuir para a preservação da natureza. Já é muito comum, inclusive, o uso do termo *compósito verde*, no qual pelo menos um dos materiais constituintes é um material natural. Em outros casos podem-se obter materiais compósitos constituídos totalmente de materiais *verdes*, o que contribui ainda mais para a não agressão do meio ambiente quando do término da vida útil destes materiais. Há também a possibilidade de se obter materiais verdes a partir de matérias-primas oriundas da reciclagem. Enfim, a cada passo que a humanidade der em direção à evolução, a responsabilidade ambiental deverá estar atrelada, através de novas alternativas de preservação ambiental, inclusive no que diz respeito à engenharia a qual caberá a produção de novos materiais.

Na indústria automotiva, por exemplo, as matérias-primas naturais depois de serem substituídas por seus sintéticos correlatos nas décadas de 60 e 70 estão reconquistando espaço, especialmente pelo surgimento da conscientização a respeito dos materiais renováveis durante a década de 90.

Como já foi mencionado anteriormente, as fibras naturais vegetais podem ser consideradas um compósito fibroso natural, constituído de fibras de celulose – polímero natural, C₆H₁₀O₅ – alinhadas em paralelo em relação aos seus eixos, dispersas em lignina – resina polimérica natural –, entre outros materiais constituintes variáveis que diferenciam as espécies vegetais. A celulose, que é a principal substância de todos os vegetais, é composta por mero de anidro-glicose formando uma longa cadeia, possuindo de 3000 a 4000 unidades de glicose com estrutura do mero mostrada na Figura 2.4^[12].

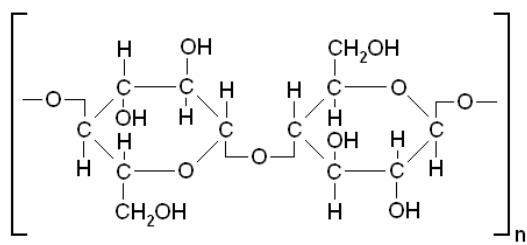


Figura 2.4 – Estrutura do mero da celulose^[12].

Como se pode observar na Figura 2.4 tem-se três grupos de hidroxilas em cada unidade de glicose. Em cada uma destas há duas ligações intermoleculares por ponte de hidrogênio e o terceiro grupo hidroxila possui uma ligação covalente com uma unidade de glicose, fazendo com que a estrutura por pontes de hidrogênio e o peso molecular do mero em questão promova forças intermoleculares significativas entre as cadeias. Isto por sua vez gera altas rigidez e cristalinidade no polímero, prevenindo a fusão e dissolução abaixo de sua temperatura de decomposição^[12].

Faz-se pertinente um breve comentário, de forma genérica, sobre a estrutura da madeira, que muito se assemelha a todos os tipos de fibras vegetais. A madeira tem como principais componentes químicos substâncias polares, como celulose, de 45 a 50%; hemicelulose (polioses), de 20 a 25%; e lignina, de 20 a 30%; e pequenas quantidades de outros carboidratos como pentosanas, resinas, gomas e substâncias minerais chamadas extrativos. Estruturalmente a celulose é um polímero linear de unidades de glicose variando no comprimento de 2.500 a 5.000 nm, o que corresponde a um grau de polimerização acima de 15.000. A Figura 2.5 mostra a estrutura simplificada das células da madeira, que são as fibras que constituem o material^[12].

As letras de A, B e C da Figura 2.5, indicam o seguinte: (A) parede celular composta por celulose, hemicelulose e lignina. Moléculas de celulose arranjadas em paralelo e agrupadas, chamadas de *microfibrilas*, que podem conter de 50 a 80 moléculas de celulose alinhadas com o eixo da *microfibrila*; (B) Cavidade, chamada de lume, ao redor do qual há várias camadas de *microfibrilas* espiraladas em vários ângulos; (C) Lamelas intermediárias, constituídas – entre outros – principalmente de lignina, unindo a células ou fibras da madeira.

O esquema da Figura 2.5 mostra a estrutura das fibras vegetais, onde cada fibra – denominada fibra técnica – é constituída de várias fibras elementares fortemente ligadas entre si por um material de cimentação constituído na sua maioria de lignina, unindo as microfibrilas e a hemicelulose^[17]. Pode-se dizer também que as outras fibras naturais possuem estrutura muito similar à apresentada acima. O presente trabalho trata da fibra oriunda da semente de açaí, uma

fibra natural de origem vegetal. Para estas fibras também se utiliza o termo fibras lignocelulósicas, adotado por muitos autores. Aliás, tal termo expressa melhor a natureza do material em questão. A estrutura das fibras lignocelulósicas será discutida mais adiante neste trabalho, quando da caracterização morfológica da fibra da semente do açaí.

As fibras lignocelulósicas oferecem as seguintes vantagens em relação às fibras sintéticas: fonte natural abundante e renovável, baixo custo e baixa densidade, ótimas propriedades específicas tais como resistência e módulo de elasticidade, menor abrasividade – comparando-se às fibras de vidro são não-tóxicas e biodegradáveis. Dentre as desvantagens pode-se citar a falta de uniformidade das propriedades – que são em função da origem das fibras, como condições regionais onde a planta de extração for cultivada, habilidade manual ou processo mecânico da extração e a absorção de umidade, entre outros^[17].

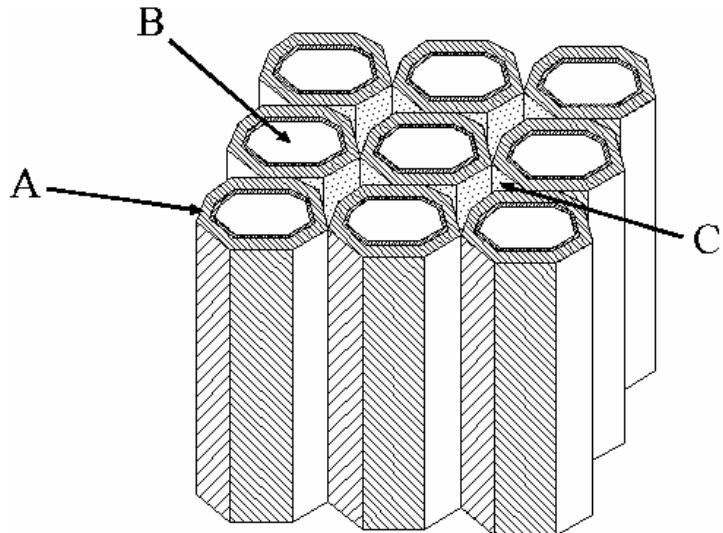


Figura 2.5 – Estrutura das células (microfibrilas) da madeira simplificada^[12].

Segundo Morassi apud Silva^[17] as fibras lignocelulósicas podem ser classificadas segundo a sua origem, como fibras de sementes (e.g. algodão), fibras de caule (e.g. juta, linho, cânhamo), fibras de folhas (bananeira, sisal, piaçava, curauá, abacá, henequém), fibras de fruto (e.g. coco) e fibras de raiz (e.g. zacatão, mandioca). O organograma da Figura 2.6, adaptado de Schuh^[1], mostra as principais categorias de fibras lignocelulósicas de boa disponibilidade e relativo baixo custo.

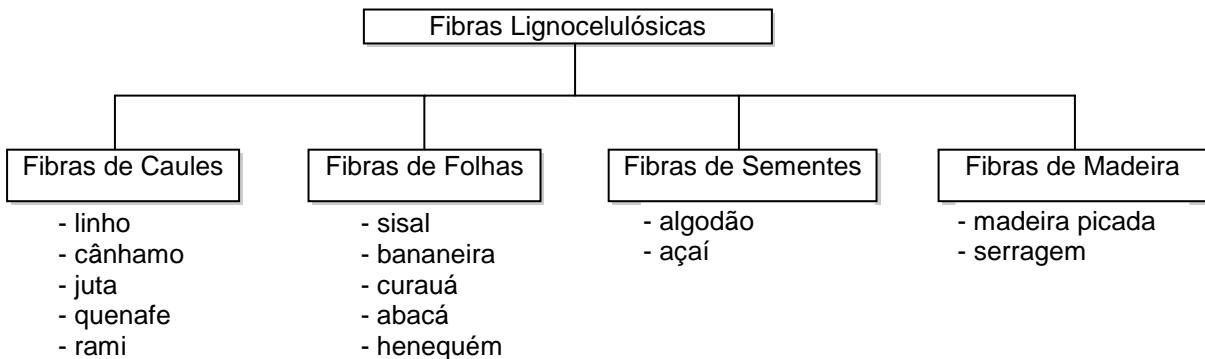


Figura 2.6 – Classificação das fibras lignocelulósicas, adaptada de Schuh^[1].

2.2.1 – Fibras Vegetais como Material de Reforço

As fibras lignocelulósicas como matérias-primas para reforço, usadas em materiais compósitos podem ser agrupadas em dois grandes grupos. No primeiro, encontram-se resíduos agrícolas (e.g. cascas de arroz, palhas de cereais, cascas de coco, entre outros subprodutos de alimentação ou da indústria alimentícia), que podem servir de reforço em compósitos para aplicações como materiais estruturais, para vários fins – em especial, dentro da própria indústria, como no caso do bagaço da cana-de-açúcar como material combustível para o refino do açúcar e instalações para acomodação rural. Se esses materiais lignocelulósicos forem considerados pelo homem resíduos sólidos, podem ser desidratados naturalmente ou queimados para redução de massa e ter sua deposição final, de acordo com a legislação ambiental contextual. O segundo grupo amplo é constituído de lignocelulósicos cultivados para extração de fibras – como o linho (*Linum usitatissimum*), sisal (*Agave sisalana*), cânhamo (*Cannabis indica*), juta (*Corchorus capsularis*), rami (*Boehmeria nivea*) e inúmeros outros –, e que também geram resíduos no beneficiamento podem também ser usados em compósitos ou como combustível^[18].

De fato, há séculos a humanidade vem usando fibras naturais em várias aplicações, inclusive em materiais de engenharia. Vários países exploraram as possibilidades de fibras naturais a partir de várias plantas, todavia a maioria dos materiais ainda é em forma de chapas (*hard board* e *particle board*). O surgimento dos polímeros no início do século XX proveu à Inovação Tecnológica novas, dimensões para o uso de fibras vegetais nos mais diversos campos. Devido ao baixo peso, alta resistência específica (alta relação resistência/peso), resistência à

corrosão, entre outros, os compósitos com fibras lignocelulósicas estão se tornando cada vez mais importantes nos campos de materiais de engenharia e da construção civil. Além disso, sempre é válido lembrar o caráter ambiental na comparação das fibras naturais em relação às sintéticas quando do término de suas vidas úteis como materiais^[19].

Na Europa a fibra mais importante comercialmente ainda é o linho, em função da grande quantidade disponível oriunda do subproduto da indústria têxtil, principalmente por causa do seu baixo preço. De fato, o uso destas fibras está se difundindo sendo que as mesmas já estão sendo obtidas a partir de plantas cultivadas especificamente para atender aplicações industriais^[1].

No o cenário indiano, Rai & Jha^[19] destacam que aplicações de fibras lignocelulósicas em matrizes para compósitos, e.g. cimento e polímeros, estão chamando mais atenção para vários materiais finais de baixo custo e que as fibras vegetais têm disponibilidade em abundância e são provenientes de recursos naturais. Em seu trabalho os autores citam uma produção total de fibras anual média de mais de 400 milhões de toneladas na Índia, para materiais artesanais em geral e para aplicações em materiais de engenharia. As produções aproximadas de vários tipos de fibras, no país supra, estão em conformidade com a Tabela 2.2.

Tabela 2.2 – Avaliabilidade de Algumas Fibras Naturais na Índia e suas Aplicações.

Fibra	Origem	Produção (Milhões de toneladas/ano)	Aplicações em materiais
Casca de arroz	Indústria de arroz	20	Como combustível, para a manufatura de materiais e produtos da produção de alutinador (matriz) de casca de arroz, painéis de fibras, tijolos, cimento antiácido (como pozolana)
Folha e caule de banana	Bananeiras	0,2	Na manufatura de chapas compensadas, chapas de fibras resistentes ao fogo
Casca de coco	Indústria de <i>coir</i> (fibra de coco)	1,6	Na manufatura de chapas compensadas, chapas insuladas, painéis estruturais, telhas, como agregado leve, compósitos de <i>coir</i> , chapas cimentícias, geo-têxteis, <i>coir</i> emborrachado
Juta	Indústria de juta	1,44	Para painéis OSB, telhas, fechamentos de portas
Palhas de cereais	Fazendas agroindustriais	12	Manufatura de coberturas e painéis de painéis <i>dry-wall</i>
Fibra de sisal	Plantações de sisal	0,023 (Ásia)	Reboco de paredes e para telhas, chapas compósitas com casca de arroz, manufatura de papel e polpa celulósica

Fibra	Origem	Produção (Milhões de toneladas/ano)	Aplicações em materiais
Caule de algodoeiro (<i>Gossypium hirsutum</i>)	Plantação de algodão	1,1	Chapas de fibras, panéis, fechamentos de portas, telhas, compósitos de cimento autoclavados, papéis, reboco de paredes

Fonte: Adaptado de Rai & Jha^[19].

A produção mundial de fibras de plantas estimada em 2004 foi de aproximadamente 3,1 milhões de toneladas, na qual a participação das fibras de algodão é em torno de 1,75 milhões de toneladas e fibras do caule do algodoeiro 1.300 milhões. Mesmo sendo estes insumos pertinentes, na sua imensa maioria, à indústria têxtil, a produção que sobra das demais fibras é consideravelmente elevada, levando-se ainda em conta a sua baixa densidade. Quanto à produção restante, as outras fibras que lideram o mercado interno são as de linho (*Linum usitatissimum*), abacá (*Musa textilis*), sisal (*Agave sisalana*), coco (*Cocos nucifera*) e juta (*Corchorus capsularis*). Todavia as palhas provenientes da indústria de cereais são ímpares no quesito custo, dentre todas as fibras vegetais.

A USDA – *United States Department of Agriculture* conduz pesquisas sobre compósitos baseados em fibras lignocelulósicas. Seu Laboratório de Produtos identificou que a maioria dos tipos concebíveis de fibras provenientes da agroindústria podem ser consideradas como algum tipo de material de engenharia dos mais utilizados em todo o mundo na atualidade. Os países norte-americanos consomem cerca de 700 mil metros cúbicos anuais de agro-fibras na manufatura de chapas de madeira compensada, chapas aglomeradas e chapas MDF (*Medium Density Fiberboard*). Não só na América do Norte, mas em todo o mundo há o progresso de trabalhos de pesquisa para o desenvolvimento de tecnologias apropriadas para compósitos reforçados com fibras naturais^[19].

Rowell et al.^[18] citam que todo material lignocelulósico oriundo de resíduos agrícolas pode ser considerado material em potencial para a manufatura de painéis laminares, porém para o uso de alguns tipos de fibras há algumas restrições, no que diz respeito à qualidade e à economia. Pode-se observar em relação o uso desses materiais, que algumas dessas fibras possuem vasta disponibilidade, cultivo multi-regional, ótimo valor de comércio e outros fatores oportunos específicos, para que sejam consideradas ocasionalmente comercializáveis.

Talvez a qualidade mais importante das fibras naturais seja, além do seu bom desempenho

como material, possuir ainda o caráter sócio-ambiental. Por exemplo, o caso do material de fibras de coco em matriz látex do Projeto Poema nos automóveis Mercedes Classe A. Além do conforto há o aumento do espaço interno do veículo, devido à espessura final do assento com a espuma compósita natural em relação à do assento de espuma de poliuretano. Engenheiros utilizam as fibras naturais na indústria automotiva em vários componentes internos, e.g. painéis, forros de portas, pára-choques. Dentre estas se encontram o rami, o sisal, o linho, a juta, o cânhamo, a de bananeira, de abacaxi e de coco. Por exemplo, o Mercedes Classe E, comercializado na Europa, possui pelo menos 10 itens internos baseados nessa tecnologia. Em consequência do material, a utilização de tecnologias de fibras vegetais em automóveis diminuem o consumo das reservas de petróleo e facilita a reciclagem dos materiais ou decomposição dos resíduos quando da deposição final do carro descartado, na proporção destes materiais de reforço no compósito em relação à matriz. A única desvantagem é o alto preço, devido o beneficiamento de fibras vegetais ser ainda uma atividade artesanal. O produto da fibra de coco, por exemplo, ainda é de 10% a 15% mais caro que o similar de espuma, mas a tendência é a redução deste custo, através do incentivo fiscal, por exemplo, devido ao caráter social que tal extração pode propiciar através da geração de rendas para a imensa demanda de mão-de-obra de países subdesenvolvidos [1, 2, 3, 18, 19, 20, 21 22, 23, 24].

A seguir, tratar-se-á sucintamente sobre as fibras de quenafe, juta, bambu, coco e sisal, por se entender que são algumas das fibras mundiais com potenciais de aplicações mais discutidos e passíveis de plantio produtivo no Brasil, de características dentro de um grupo de aplicações comuns, nas quais se enquadra a fibra proposta por esta pesquisa, discutida ao final dos comentários a seguir.

2.2.2 – Principais Tipos de Fibras Lignocelulósicas e suas Propriedades

2.2.2.1 – Fibras de Quenafe (*Papoula-do-são-francisco*)

O quenafe (*Hibiscus cannabinus*), conhecido internacionalmente como *kenaf* e no Brasil como papoula-do-são-francisco ou cânhamo brasileiro, é similar à juta e aos cânhamos tradicionais – asiático (*Cannabis indica*) e afro-americano (*Cannabis sativa*). É da mesma família

que estes últimos, porém sem o efeito narcótico da parte não-fibrosa e apresentam também suas fibras no entorno de seus galhos. Suas fibras representam de 20 a 25% do peso de material seco da planta, cresce sem maiores problemas em climas quentes, podendo chegar à 5 metros de altura. O quenafe é nativo da Pérsia, introduzido na Indochina, naturalizou-se na África e Ásia e é geralmente cultivado na Índia, de onde partiu para as Américas do Norte e do Sul. Sua distribuição se compreende entre 45° Norte e 30° Sul de longitude^[17, 19, 20].

Segundo a AARC – *Alternative Agricultural Research & Comm. Center* apud Rowell et al.^[18], o uso do quenafe está gerando muito interesse por parte do governo e da indústria norte-americana. O Departamento de Agricultura dos Estados Unidos (USDA) está incentivando o plantio do quenafe e outros agro-produtos não-comestíveis, por não requererem subsídios. Foi criada a Associação Internacional do *Kenaf* para incentivar a promoção e estudo do quenafe, bem como, segundo o USDA apud Rowell et al.^[18], o quenafe fora citado em 241 publicações científicas até 1997.

A papoula-do-são-francisco é tradicionalmente cultivada para cordoaria na África e na Ásia, mas também obtém-se polpa celulósica, para papel comum e estruturado (papelão), em países como China, Índia e Tailândia. A percepção do potencial do hibisco como recurso renovável para a indústria papeleira nos Estados Unidos e em outros países se deu na década de 60. A partir da década de 90, no sul do Texas pequenas plantas industriais de papel para jornal a partir da celulose do hibisco alcançaram notoriedade na América do Norte. No presente, fibras de hibisco encontram-se mundialmente no mercado como misturas ricas para solos, forragem para alojamentos de animais, óleo-absorventes, mantas geotêxteis, tramas têxteis para artesanato, indústrias celulósica e têxtil, estando presentes também em pesquisas para uso industrial, com potencial para compósitos resinados, que resultou em uma consequente indústria de sementes no sul do Texas para atender a demanda americana e além-mar. Spehar apud Pimentel^[21], observou que o quenafe produz uma fibra ideal para compósitos na indústria automobilística. Devido a sua similaridade com o cânhamo, adiciona-se às suas possibilidades a potencialidade de utilização destas em compósitos fibrocimentícios^[19, 21, 25].

2.2.2.2 – Fibras de Juta

A juta (*Corchorus capsularis*) é uma herbácea da qual se obtém outra qualidade de fibra têxtil vegetal. Erva lenhosa que pode alcançar uma altura de 3 a 4 metros com caule de aproximadamente 20 milímetros. Cresce, em larga escala, principalmente na Índia e em Bangladesh (antigo Paquistão Oriental), com safra de dois a três meses onde se tem o crescimento de 3 a 5 metros de caule a cada ciclo. Exige um solo fértil e bem drenado e um clima quente e úmido. As altas temperaturas das regiões nas quais a juta é cultivada favorecem a fermentação e desta forma consegue-se a maceração em 8 a 10 dias, facilitando a separação da fibra da parte lenhosa do caule. Introduzida no Brasil por Riyota Oyama, a cultura foi difundida por imigrantes japoneses e hoje é uma das principais atividades econômicas das populações ribeirinhas da região amazônica, sendo um fator fundamental da permanência de mais de 50 mil famílias no campo [24].

As fibras de juta são extraídas em um processo denominado *retting*, que é realizado com a colocação de galhos/arbustos em um tanque por várias semanas, onde há uma ação por micróbios que amolece os galhos e enfraquece as ligações entre fibras e a matriz natural que as une. Em seguida as fibras são retiradas manualmente e colocadas para secar. Longas fibras podem ser obtidas dessa forma e comumente são tratadas com vários óleos ou agentes condicionadores para favorecer a flexibilidade [18].

Compósitos baseados nessas fibras exploram o longo comprimento das mesmas. Industrialmente, tanto fibras têxteis tramadas e não-tramadas são impregnadas com resinas ou epóxi e moldadas com conformação complexa, e são usadas como camadas superficiais para materiais, na indústria automotiva inclusive. Compósitos com reforço híbrido de juta e coco provêm alternativas econômicas para a indústria de madeira compensada, envolvendo a produção painéis sanduíche de lâminas de fibras de juta orientadas, sobrepostas entre lâminas de resíduos da fibra de coco com látex. Vários desses compósitos são produzidos comercialmente na Índia pela *Natural Fibretech Pvt. Ltd.*, de Bangalore. O Instituto Nacional de Pesquisas e Aplicação Tecnológica de Fibras de Juta (NIRJAFT – *National Institute of Research on Jute and Applied Fibre Technology*), neste país, produz várias tecnologias que mantém a extensa comercialização de compósitos baseados nestas fibras [18, 19].

A fibra de juta é uma das fibras vegetais mais utilizadas como reforço de matrizes poliméricas. Inclusive na indústria automotiva brasileira – juntamente com outras fibras, e.g. algodão, rami e coco – tem sua utilização em compósitos para revestimentos internos, painéis,

teto e portas à base de resina fenólica (novolaca) reforçada com tecidos híbridos de juta e algodão utilizando técnica de moldagem por compressão^[22].

2.2.2.3 – Fibras de Bambu

Na sub-família *Bambusoideae*, da família *Gramineae*, há duas qualidades de gênero, a *Bambuseae* (bambus lenhosos) e a *Olyrae* (bambus herbáceos). As referências científicas variam em demasia e novas espécies e variedades são acrescentadas ano a ano, entretanto estima-se que existam cerca de 1.250 espécies no mundo, espalhadas entre pelo menos 90 gêneros, presentes de forma nativa em todos os continentes menos na Europa. São de cultivo em uma variedade de condições climáticas (zonas tropicais e temperadas) e topográficas (até 4.000 metros do nível do mar). Os caules lenhificados do bambu comum (*Bambusa vulgaris*) são utilizados na fabricação de diversos objetos, e.g. cestos, móveis artesanais, instrumentos musicais, edificação artesanal e da construção civil^[24].

O bambu é um material de engenharia muito conhecido nos trópicos, particularmente nas regiões de culturas ricas desta espécie. É a planta de mais rápido crescimento e possui ainda excelentes propriedades físicas e mecânicas. Seu módulo de elasticidade em relação ao peso é mais elevado que o da fibra de aço. É uma fibra de grande domínio na utilização em materiais compósitos^[19, 24].

O IPIRTI – *Indian Plywood Industries Research & Training Institute* de Bangalore, em associação com o BMTPC – *Building Materials and Technology Promotion Council*, desenvolve tecnologias de manufatura de vários produtos comercializáveis, e.g. *bamboo mat board* (BMB), *bamboo mat veneer composites* (BMVC), *bamboo mat corrugated sheets* (BMCS). Tal ação de pesquisa em conjunto resultou no cultivo de uma nova espécie de planta comercial, em Meghalaya na Índia, para a fabricação de um excelente sistema de cobertura ecologicamente correto com capacidade de 3.000 telhas por mês^[19]. No Brasil pesquisas desta área estão em andamento há alguns anos, como por exemplo, trabalhos desenvolvidos por Anjos^[26] e Anjos et al.^[27] para se obter um compósito cimentício reforçado com polpa celulósica de bambu, ou ainda no desenvolvimento de elementos estruturais utilizando-se bambu, do Departamento de Engenharia Civil da PUC-Rio – Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, conduzido

pelo professor Khosrow Ghavami, com trabalho inclusive de concreto armado com bambu [26, 27, 28].

2.2.2.4 – Fibras de Coco ou *Coir*

A fibra de coco, mundialmente conhecida como *coir*, provém do coqueiro comum (*Cocos nucifera*). O cultivo de coqueiros é feito na Índia desde a antiguidade, onde tal palmeira é chamada de “Árvore do Bem-Estar” ou “Árvore do Céu”. Seu plantio é feito em larga escala desde 1840. Do coco a humanidade consome vários insumos importantes, como a água, o leite, o óleo e as fibras. O coqueiro se encontra em todos os países tropicais e em inúmeras variedades. Na Índia, Indonésia e Ceilão (Sri Lanka) dá-se mais a extração das fibras, enquanto que em outros países aproveita-se mais a parte comestível do coco, como em Porto Rico, no Marrocos, na China, nas Filipinas e inclusive no Brasil [24].

Dentre os maiores produtores mundiais de coco tem-ses Filipinas, Indonésia, Índia, Ceilão e Tailândia. Nas américas o México, o Brasil e a Venezuela lideram a produção. Todavia a Índia é líder mundial na comercialização de fibra de coco, com 1,02 bilhão de toneladas de fibra produzidas anualmente, rendendo US\$ 70 milhões com a exportação. A produção ainda é incipiente no Brasil, onde se tem cerca de 40 milhões de toneladas de fibra produzidas por ano. Entretanto, atualmente os coqueiros vêm sendo cultivados em regiões sem tradição no país. No estado de São Paulo, toma espaço da laranja e do café nas regiões de São José do Rio Preto, Marília e Garça [24].

A fibra extraída do mesocarpo do coco, ou simplesmente *coir*, é considerada uma fibra longa, variando em comprimento entre 15 e 35 centímetros. Esta matéria-prima é oriunda da casca do coco maduro, que representa 80% do peso do fruto. Sua extração é mundialmente difundida. Há uma indústria muito grande de extração destas fibras na Ásia. Várias empresas especializadas comercializam estas fibras tramadas ou trançadas em cordas, processando produtos domésticos ou para exportação, que servem para aplicações na indústria de decoração e utensílios diversos. A Daimler-Chrysler do Brasil, em parceria com o Programa Pobreza e Meio Ambiente na Amazônia, fabrica os automóveis Mercedes Classe A com espumas de assentos de compósitos de fibra de coco em matriz de látex natural, gerando fonte de renda em um trabalho

social que engloba várias famílias, desde a extração até a produção [1, 2, 3, 4, 18].

Mais tradicionalmente as fibras são submetidas a processo semelhante à espadelagem do linho, obtendo-se dois grupos de fibras: longas, denominadas “*bristles*”, para a indústria de escovas; e fibras curtas, denominadas “*matress*”, usadas como material de enchimento e para almofadas. O material residual gerado durante este processamento têm o nome de “*combing*”, que são outro tipo de fibras curtas [19].

As fibras de coco têm sido usadas para produzir uma grande variedade de compósitos, incluindo aí laminares particulados e laminares fibrosos. Savastano Jr. apud Rowell et al. [18], desenvolveu várias pesquisas com compósitos de fibras lignocelulósicas para aplicações na construção civil, inclusive baseados em fibras de coco, e afirma que “quando usado como reforço em matrizes inorgânicas, as fibras são bastante resistentes à alcalinidade e variações de umidade quando comparadas a outras fibras lignocelulósicas”.

Algumas das propriedades mais comuns, que tornam esta fibra especial são: a alta elasticidade, maior que na maioria das outras fibras vegetais conhecidas; a alta resistência à umidade e às condições climáticas; e alta resistência ao desgaste. A partir do intenso uso desta fibra na Índia, maior abundância mundial de coco depois das Filipinas, suas características foram mais profundamente estudadas naquele país. E um dos fatos mais importantes, é o seu reconhecimento como uma fibra altamente durável em várias matrizes, e.g. polímeros, betume, cimento Portland, gesso, escória de alto-forno (EAF), barro, etc. [19, 24].

2.2.2.5 – Fibras de Sisal

O sisal (*Agave sisalana*) é cultivado em regiões semi-áridas. Em nosso país os principais produtores são os estados da Paraíba e da Bahia, com a utilização principalmente da fibra das folhas que, após o beneficiamento, é destinada majoritariamente à indústria de cordoaria (e.g. cordas, cordéis, tapetes). Dentre compósitos onde o sisal pode ser utilizado de maneira bastante satisfatória tem-se a substituição de algumas peças com diferentes aplicações na indústria automobilística. Revestimentos internos da cabina de caminhões (teto, parede traseira e portas), apoio de cabeça e encosto de assentos, pára-sol externo, painel de instrumentos, bolsa de ferramentas, encapsulamento de cabina/motor e pára-choque. Várias indústrias fornecedoras de

peças para as montadoras de automóveis, ônibus e caminhões já vêm utilizando estas fibras vegetais em suas formulações^[24].

O Instituto Central de Pesquisas de Construção (*Central Building Research Institute*) de Roorkee e o Laboratório Regional de Pesquisas de Bhopal, na Índia, experimentaram diversas técnicas de tratamento superficial das fibras de sisal para uso em telhas de cobertura. O sisal é uma das fibras vegetais mais extensamente utilizadas no mundo, sendo responsável por metade da produção total de fibras têxteis extraídas de folhas.

Joseph et al.^[29] reportaram que já foram produzidos vários trabalhos científicos sobre os aspectos estruturais e propriedades das fibras de sisal que atestaram que estas fibras podem ser utilizadas em compósitos, e.g. na manufatura de chapas planas e corrugadas que, além de resistentes e baratas são resistentes à chama. Emergem estudos visando melhoramentos no rendimento e qualidade das fibras produzidas, bem como tratamentos superficiais para melhor adequá-las a determinadas aplicações.

Há também várias pesquisas que reportam a incorporação de fibras de sisal a vários polímeros, dentre as quais destacam-se pesquisas sobre: as propriedades mecânicas, reológicas, elétricas e viscoelásticas de compósitos de polietileno de baixa densidade reforçados por fibras curtas de sisal em função do processamento utilizado, teor, orientação e comprimento das fibras; sobre a influência da adição de fibras curtas de vidro nas propriedades mecânicas de compósitos de polietileno de baixa densidade reforçado por sisal (onde 3% em volume de fibras de vidro levou a um aumento de mais de 80% na resistência longitudinal, para fibras orientadas, do compósito); sobre as propriedades mecânicas de compósitos baseados em polipropileno, preparados por extrusão reativa com anidrido maléico, reforçados por fibras de sisal; sobre o efeito do teor, comprimento, orientação e benzoetilação das fibras nas propriedades tênsis de compósitos PP/sisal; entre várias outras. Pesquisadores brasileiros, inclusive, atuam nesta linha de pesquisa em conjunto com os indianos^[19, 29].

Entretanto, no Brasil, na pesquisa acadêmica o sisal tem sido estudado mais comumente como reforço de fibrocimentos. Mundialmente, estes compósitos cimentícios com reforço de fibras de sisal fazem parte de diversos trabalhos científicos. A USP – Universidade de São Paulo, através de pesquisadores da Escola Politécnica e da Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos, vem há alguns anos desenvolvendo várias pesquisas a respeito da manufatura, aplicação e desempenho de telhas de fibrocimento com sisal^[30, 31, 32, 33]. Coutts & Warden^[34], na

Austrália, atentaram para o fato de que apesar do estudo de sisal em cimento e argamassas ser bastante amplo, há poucas informações técnicas a respeito da utilização do reforço em forma de polpa, ou pasta, celulósica destes materiais, o que demonstra o quanto está se desenvolvendo o estudo desta fibra. Tolêdo Filho^[30] publicou trabalho significativo, numa pesquisa em conjunto de duas universidades do Rio de Janeiro com outras da Inglaterra e França, sobre a durabilidade de argamassas com fibras de sisal^[30, 31].

Savastano Jr.^[33] estudou a zona de transição entre fibras e pasta de cimento (cimento Portland e água), inter-relacionando as principais características com as propriedades mecânicas do compósito. Savastano Jr. & Devito^[32] desenvolveram pesquisas de moldagem de fibrocimentos de sisal por drenagem de pasta. Savastano Jr.^[33] coordenou a produção de 700 telhas fibrocimentícias com reforço de polpa de sisal, com apoio da Prefeitura Municipal de Descalvado, São Paulo, pela Escola de Engenharia de São Carlos da USP, para a cobertura de um protótipo residencial com cerca de 50 m².

Algumas propriedades físicas e mecânicas das fibras retomencionadas estão apresentadas em uma tabulação comparativa na Tabela 2.3. Todavia, é válido ressaltar que se nota diferenças consideráveis de valores obtidos por autores diferentes para as mesmas fibras (vide *coir* e sisal). Também se deve levar em conta os métodos diferentes utilizados para a obtenção destes dados, bem como as grandes discrepâncias de valores para fibras do mesmo vegetal intrínsecas aos materiais naturais.

Tabela 2.3 – Propriedades Físicas e Mecânicas de Algumas Fibras Vegetais.

Propriedades Físicas	Algumas Fibras Vegetais					Fonte
	Quenafe	Juta	Bambu	Coir	Sisal	
Massa Específica	0,71 g/cm ³	1,00 g/cm ³	-	1,00 g/cm ³	1,17 g/cm ³	a
	-	-	-	1,18 g/cm ³	1,37 g/cm ³	b
	-	-	1,16 g/cm ³	1,18 g/cm ³	1,37 g/cm ³	c
Absorção de Água	285%	281%	-	180%	200%	a
	-	-	-	93,80%	110,00%	b
	-	-	145%	93,80%	110,00%	c
Tensão Máxima	76,04 MPa	60,14 MPa	-	50,89 MPa	58,16 MPa	a
	-	-	-	118 MPa	378 MPa	b
	-	-	575 MPa	118 MPa	458 MPa	c
Deformação Máxima	6,70 mm	13,10 mm	-	17,60 mm	6,00 mm	a
	-	-	-	51,40%	5,40%	b
	-	-	3,20%	51,40%	4,30%	c

REFERÊNCIAS
BIBLIOGRÁFICAS

Fontes: (a) Ramakrishna^[35]; (b) Arsène et al.^[36], e (c) Savastano Jr.^[31].

2.3 – Fibrocimentos Baseados em Fibras Vegetais

2.3.1 – Fibrocimentos

Um tradicional dicionário^[6] de língua portuguesa aponta o significado da palavra fibrocimento como sendo o mesmo que cimento-amianto – proibido em vários países – de tão popular e difundido que se tornou este compósito a partir do processo desenvolvido por Ludwig Hastchek em 1900^[37, 38]. Apenas para fins de introdução ao assunto pertinente do fibrocimento baseado em fibras vegetais, abordar-se-á a seguir somente as principais características do material fibrocimentício tradicional.

A indústria da construção civil emprega vários compósitos com matrizes frágeis. Os concretos, argamassas e pastas são derivados de aglomerantes minerais, que são frágeis, pois se rompem sem deformação plástica. Estes possuem considerável resistência à compressão, mas não suportam grandes solicitações de tração e cargas dinâmicas. Todavia tais matrizes são geralmente reforçadas, e.g. o concreto armado ilustrado na Figura 2.1. Os fibrocimentos são materiais desenvolvidos a partir da necessidade de industrialização de alguns materiais comuns de construções enxutas. Na busca da redução do tempo de obra, a construção civil desenvolveu materiais componentes, como painéis, telhas e divisórias. Tais elementos somaram-se às estruturas de concreto armado pré-moldado e introduziram o conceito de produção em série na construção civil. Estes novos componentes tendiam a ser esbeltos, como por exemplo, as telhas cerâmicas (telha colonial comum) que foram substituídas pelas telhas de chapa ondulada (de fibrocimento), onde para 1 m² de cobertura consome-se 33 telhas cerâmicas e uma única telha de fibrocimento tem 1,22 m² (dimensões comerciais médias - 2,44 m × 0,50 m).

Sabe-se que é possível se obter elementos de cimento Portland pós-reativos (aditivados), com resistência à compressão da ordem de 200 MPa. Entretanto, quando do comportamento na flexão, uma vez iniciado o processo de fissuração, esta se propaga de forma direcional e contínua, reduzindo a resistência abruptamente (tendendo à verticalidade no gráfico *tensão × deformação*) e levando ao colapso da estrutura. Fibras dispersas na matriz cimentícia reforçam a região adjacente à fissura, melhorando o desempenho do material na flexão^[39].

A Figura 2.7 ilustra uma fissura em um fibrocimento, onde: o número (1) representa uma fibra rompida; (2) representa uma fibra arrancada; e, (3) representa uma fibra íntegra atravessando a fissura, o que indica que a mesma absorveu parcialmente a energia a qual o material foi submetida^[39]. A Engenharia logo observou o desempenho das fibras como material e aquistou os componentes de construção esbeltos, que requerem a consideração da massa específica, materializados nos compósitos fibrocimentícios. Em 1900 Hatschek desenvolveu processo industrial homônimo (patenteado) para a produção de chapas de cimento-amianto, que é até hoje o método tecnológico mais aplicado comercialmente. Pouco depois, Norton, um engenheiro norte-americano, idealizou, a pedido de uma companhia de seguros, um processo por prensagem de pasta sobre chapa filtrante^[38].

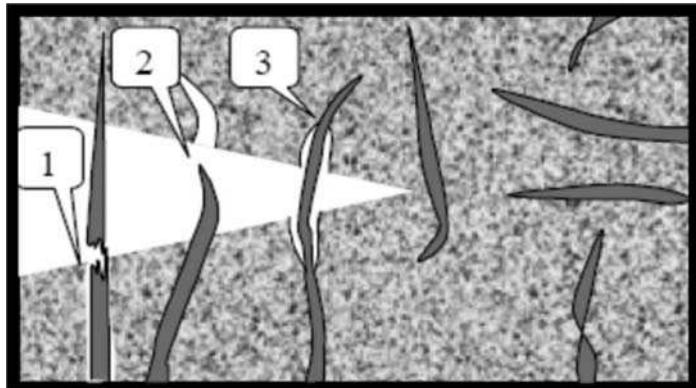


Figura 2.7 – Representação esquemática de uma fissura através de fibrocimento reforçado com fibras vegetais^[39].

O fibrocimento industrializado tradicional tem como aglomerante o cimento Portland comum, aglomerante mineral, podendo ser usados ainda cimentos pozolânicos ou de escória de alto forno^[38]. O processo Hatscheck baseia-se no uso de misturas altamente fluidas, permitindo a distribuição ideal das fibras no interior da matriz, a qual após sua moldagem é feita drenagem para a retirada do excesso de água. Para o produto de fibrocimento comercial mais produzido, no caso as telhas, o processo básico de fabricação consiste das seguintes etapas: mistura e agitação do cimento e das fibras, empregando teor reduzido de sólidos (por volta de 30%); transferência da pasta de alta fluidez para uma correia através da rotação do primeiro cilindro da linha automatizada de produção – onde comumente se induz uma determinada orientação das fibras em função da rotação desse –; passagem por uma central de pressão reduzida (sistema composto por dois cilindros de compressão) na qual o excesso de água é retirado; prensagem sob cilindro que

funciona como calandra e é dotado de um sistema circulante de corte, estabelecendo a dimensão final da chapa plana e lisa mas ainda plástica e posterior projeção da forma ondulada na chapa. Outros produtos (e.g. tubos e caixas d'água) são geralmente obtidos por extrusão. O processo Hatscheck deu origem a algumas adaptações, como o processo semi-úmido desenvolvido por *Magnani* ou para produção de tubos de fibrocimento por *Mazza*, ambos italianos^[38]. É também possível a obtenção de peças pequenas por processos que envolvam prensagem e filtragem^[40, 41, 42]. A proporção reforço/matriz mais comum é de 1:6 a 1:10, o que corresponde em média algo em torno de 125 g de amianto para cada quilo de cimento Portland. Algumas de suas propriedades são^[38]:

- massa específica real de 2,5 kg/dm³;
- massa específica aparente de 1,5 a 2,0 kg/dm³;
- resistência à compressão de 500 a 1000 kgf/cm²;
- resistência à tração direta de 100 a 200 kgf/cm²;
- resistência à flexão de 300 a 500 kgf/cm³;
- módulo de elasticidade à tração de 280.000 kgf/cm²;
- módulo de elasticidade à compressão 220.000 kgf/cm²;
- absorção de água de 4 a 6%; e
- condutibilidade térmica de 0,33 cal/hora/m²/m.

A espessura de telhas comerciais variam de 6 à 8 mm, a permeabilidade (líquidos e gases) é praticamente nula e as mesmas podem ainda ser pintadas ou aplicado corante na argamassa^[38].

2.3.2 – Fibrocimentos Verdes

Na década de 70 iniciou-se o estudo sistemático de fibras vegetais em matrizes frágeis e em 1980 pesquisadores do Ceped (Centro de Pesquisa e Desenvolvimento), em Camaçari na Bahia, relataram o primeiro estudo no Brasil^[39].

O uso de fibras lignocelulósicas em matrizes frágeis à base de materiais cimentícios já foi considerado uma alternativa para a fabricação de telhas de fibrocimento, substituindo o amianto – material presente na extrema maioria dessas telhas comercializadas. Já há inclusive solicitação de patente para telhas de fibrocimento à base de fibras lignocelulósicas fabricadas pelo processo

Parry Associates, do Reino Unido, no trabalho da parceria entre a Prefeitura Municipal de Descalvado (SP) e a Escola de Engenharia de São Carlos da USP^[33].

Coutts apud Savastano Jr.^[31] relata que em países desenvolvidos a produção de fibrocimentos que utilizam fibras celulósicas como reforço tem sido consagrada em função de constantes aperfeiçoamentos de processos, desde a obtenção das matérias-primas, passando pelos processos produtivos e consumo racionalizado de energia, o que eleva o potencial comercial devido à redução do custo de investimento. Heinricks et al. apud Savastano Jr.^[33] levantaram dados em vários trabalhos para estimar valores referentes à produção mundial de placas de fibrocimento, mostrados na Tabela 2.4, onde grande parte da produção de fibrocimentos verdes estimada é oriunda dos EUA e Europa.

Observa-se que a produção de fibrocimentos baseados em fibras vegetais na América do Sul é incipiente. O presente trabalho pode se somar às pesquisas realizadas e às recentes, visando melhorar o desempenho do continente, em especial no nosso país, perante o quadro acima.

Tabela 2.4 – Produção de Compósitos Cimentícios (Fibrocimento).

Localidades	Produção de compósitos fibrocimentícios (milhões de m ² ao ano)			
	Com amianto	Sem amianto	Total	Fração sem amianto (%)
Ásia e Austrália	610	80	690	12
Europa	100	190	290	66
América Central e do Sul	140	50	190	26
América do Norte	0	100	100	100
África	20	10	30	33
Total	870	430	1.300	33

Fonte: Savastano Jr.^[33].

É válido salientar que os processos convencionais como mistura em betoneira, moldagem e adensamento por vibração têm-se mostrados inadequados para a produção de fibrocimentos ecológicos. O desempenho aceitável das fibras lignocelulósicas nesses compósitos pode ocorrer se forem utilizados métodos de moldagem adequados. A alta absorção de água pelas fibras gera a necessidade de acréscimo na quantidade de água, a fim de melhorar a trabalhabilidade da argamassa a ser moldada, elevando o fator *a/c* (relação água/cimento), que por sua vez influencia negativamente nas propriedades físicas e mecânicas do conjunto. Isso ainda sem considerar a má

distribuição de concentração das fibras dispersas na matriz cimentícia, prejudicando sua função de reforço^[39].

2.4 – O Açaizeiro, seus Produtos e a Fibra Oriunda da Semente

O número de espécies do gênero *Euterpe* não é claramente definido e tem sido objeto de constantes revisões^[43]. De acordo com Mac Fadden^[43] há 30 espécies do gênero *Euterpe* na América Central e do Sul. Este gênero de palmeiras (*Palmae*) é amplamente distribuído na América Central e do Sul, ocupando florestas de terras baixas e montanhas úmidas. As variações e respectivas denominações vulgares presentes no Brasil são: *Euterpe oleracea Martius*, açaizeiro; *Euterpe edulis Martius*, palmiteiro ou jussara; *Euterpe precatoria Martius*, açaí-do-Alto-Amazonas; *Euterpe catinga Wallace*, açaí-mirim; e, *Euterpe longibracteata Barbosa Rodrigues*, açaí-da-terra-firme^[6, 43]. Schoeninger & Kirchner apud Mac Fadden^[43] citam 28 espécies que se distribuem ao longo das Antilhas e América do Sul, nas regiões com Florestas Tropicais.

Da *Euterpe oleracea* se obtém mais tradicionalmente, e inclusive em escala industrial, a polpa do fruto denominado açaí, que por sua vez é uma palavra oriunda do vocábulo tupi *iwasa'i*, que significa: a planta que chora^[6, 44]. Desta espécie se obtém polpa de melhor sabor e rendimento do que das demais palmeiras deste gênero. O presente trabalho trata desta variação, açaizeiro. Segundo Canto^[44] “o açaizeiro ocupa um largo espaço na vida amazônica, principalmente no estuário do rio Amazonas. É um alimento abundante, barato, de consumo diário e tradicional. Tornou-se um símbolo da cultura nortista e está presente no cotidiano tanto do ribeirinho como do citadino, independente das posses. Esta influência é refletida na economia, nas paisagens, nos cartões postais, nos dizeres populares, nas manifestações artísticas, nas estratégias de ocupação do solo. O registro do início desta íntima relação está perdido no tempo. Mas há uma obviedade de ter sido um legado indígena”. A Figura 2.8 explicita a distribuição geográfica onde a espécie *Euterpe oleracea* ocorre espontaneamente no Brasil.

Segundo Nogueira et al. apud Canto^[44] o açaizeiro é uma espécie tropical, típica da Amazônia que ocorre espontaneamente nos estados do Pará, Amazonas, Maranhão e Amapá. Desenvolve-se bem em condições de clima quente e úmido e não suporta períodos de seca

prolongada. Nas regiões onde o açaizeiro é nativo as chuvas são abundantes, atingindo 2.000 a 2.700 mm anuais e bem distribuídas durante o ano, e a umidade relativa do ar comumente ultrapassa 80%. A temperatura média gira em torno de 28°C. O açaizeiro pode se desenvolver bem em regiões com temperaturas médias mensais acima de 18°C, já temperaturas inferiores podem causar atrasos no desenvolvimento das plantas.

O palmito retirado do açaizeiro foi a principal fonte de renda dos ribeirinhos do baixo Amazonas e de outros estados brasileiros produtores até a década de 1980. O manejo adequado para a exploração do palmito e incentivo para novos plantios, tornaram a exploração comercial de frutos para extração de polpa prioritária, pois estudos mostraram que a exploração predatória e sem um manejo adequado de corte provocam danos no desenvolvimento das plantas e na sua frutificação. A retirada de cada palmito significa o corte de uma planta, que se dá em touceiras de 3 a 25 estipes. Estima-se uma produção de 10 a 12 toneladas de frutos por hectare com densidade de 400 plantas. São necessários cerca de 2,5 quilos de frutos maduros para a produção de um litro de suco de açaí, em média. Atualmente, encontra-se facilmente a polpa congelada nas grandes cidades brasileiras ^[45]. Segundo Canto^[44], em função da informalidade, a quantidade exata comercializada é controversa. Para Mourão apud Canto^[44] a produção pouco se elevou do ano de 1976 a 1992. Rogez apud Canto^[44] estimou uma produção na ordem de 480.000 t para o ano de 1992. O IBGE (Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística) oficializa que a comercialização no Brasil atingiu 123.832 toneladas em 1995, quase 95% no Pará. Já a prefeitura Municipal de Belém estimou, para 2001, o consumo diário na capital paraense em torno de 100.000 litros de suco, ou 220 toneladas de fruto maduro, correspondendo a um consumo per capita de 10,411 kg/ano, ou 28,523 g/capta. No Pará o consumo diário é de 76 g/capta, ou 27,74 kg/capta/ano ^[44].



Figura 2.8 – Ocorrência geográfica espontânea da espécie *Euterpe oleracea* no Brasil^[44].

A pesar de o açaizeiro também ser encontrado em outros estados, o Pará é o maior produtor nacional, seguramente com mais de 90% do que é consumido no país. A capital paraense é o local que mais consome açaí no Brasil, possuindo cerca de 3 mil pontos-de-venda onde o suco é comercializado. São produzidos em torno de 440 mil litros por dia, processados com frutos provenientes das ilhas ao redor da cidade, como por exemplo, Ilha do Combu, evidenciada na Figura 2.9, e na região metropolitana. O açaizeiro está presente também na região urbana da capital do Pará, como mostra a Figura 2.10 em (A) a presença do açaizeiro em zona residencial, (B) em uma praça da cidade, (C) em zona periférica e (D) no quintal de uma residência; que traz ainda a anatomia básica da *Euterpe oleracea*, esquematizados na montagem feita a partir de Canto^[44].



Figura 2.9 - Ilha do Combu, foto aérea (A) e de moradia ribeirinha típica (B)^[44].

Na madrugada de todos os dias canoas atracam no cais do mercado Ver-o-Peso – tradicional e conhecido ponto turístico de Belém – e desembarcam seus paneiros (cestas artesanais de fibras vegetais), fomentando um comércio livre há dezenas de anos. A Feira do Açaí, localizada no complexo do Ver-o-Peso, é o principal centro de comercialização do produto e responde por mais de 70% do comércio na cidade, onde em 2005 passou 31,1 mil toneladas do fruto^[45]. A Figura 2.11 documenta a chegada do açaí nas primeiras horas do dia no Ver-o-Peso, a comercialização do fruto e a venda para consumo em bancas de refeições locais.

Nos últimos anos o suco de açaí passou a ser apreciado também em outras regiões brasileiras, especialmente no sudeste, para onde se encontra em forma de polpa congelada. Em São Paulo o consumo atinge cerca de 150 toneladas por mês e no Rio de Janeiro em torno de 500

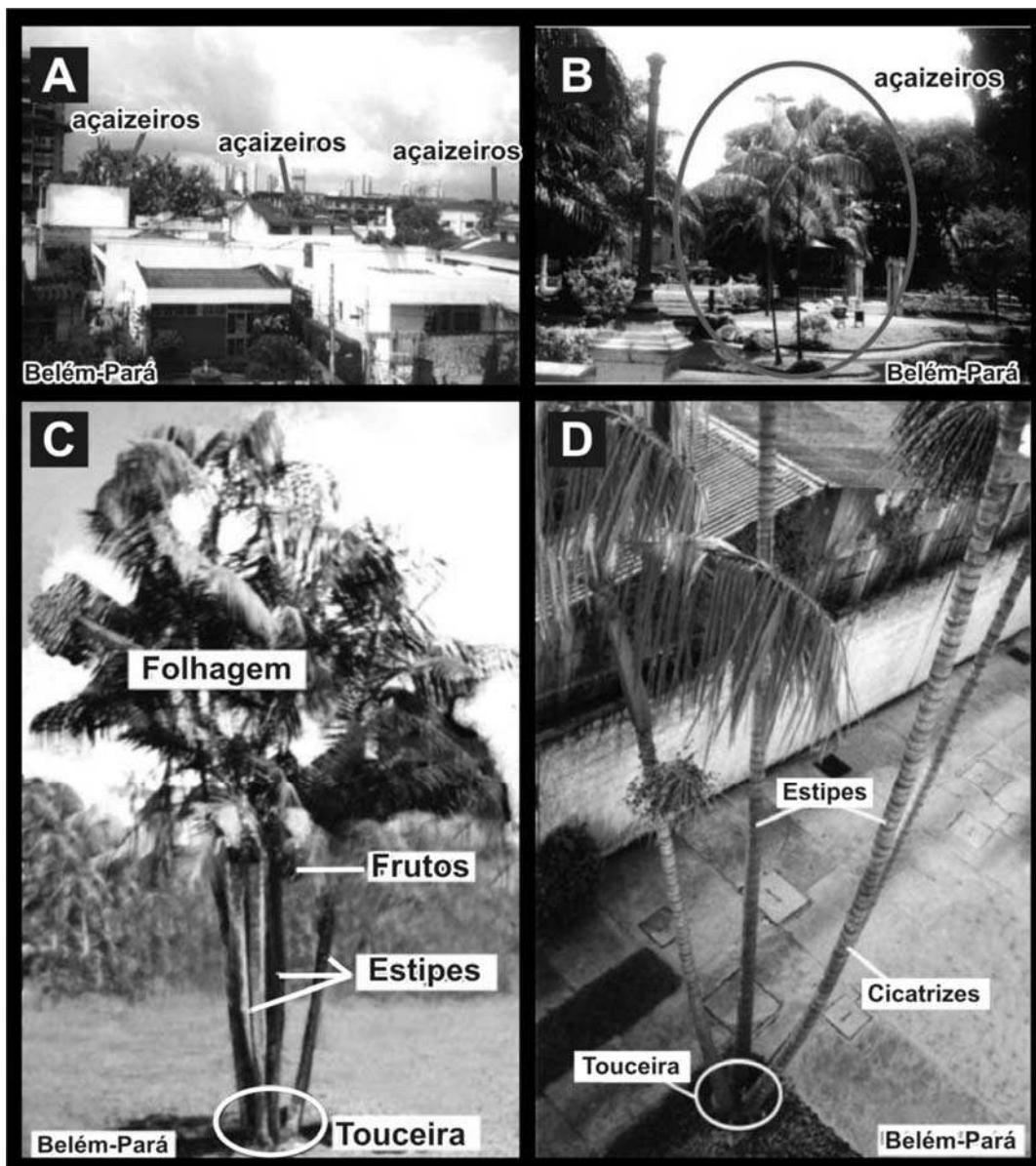


Figura 2.10 – Ocorrência do açaizeiro em Belém e anatomia básica da planta^[44].

toneladas mensais são consumidas. Segundo Alfredo Homma, pesquisador da Embrapa Amazônia Oriental, não se trata de modismo. "O açaí vai ocupar um nicho de mercado no contexto nacional e internacional" fora uma afirmação do pesquisador, embasada no sucesso da nova bebida ao de outra fruta da Amazônia, o guaraná, lançado como refrigerante em 1907, em Manaus, e que se tornou depois uma bebida internacional^[46]. De fato, cápsulas com complexos vitamínicos baseados no fruto do açaizeiro já são amplamente comercializadas na Internet. Na Amazônia o açaí é um alimento diário presente em qualquer refeição, já no restante do país a

maior parte dos consumidores busca um complemento alimentar rico em vitaminas e minerais, de alto valor calórico. O fruto possui cerca de 13% de proteína, superando o leite (3,5%) e até o ovo (12,49%). Também é rico em potássio, cálcio, ferro e vitamina E^[46].



Figura 2.11 – Seqüência fotográfica da Feira do Açaí no complexo do mercado Ver-o-Peso em Belém^[24, 45].

Aproveita-se quase tudo do açaizeiro. Dos frutos maduros é extraída a polpa que é consumida na forma de sucos, creme, licor, geléia, mingau, sorvetes e doces. O palmito é de excelente qualidade culinária. O estipe é usado para assoalho, forro em barracões, lenha, construção de cercas, pontes e currais. As folhas verdes servem de alimento para animais e secas para artesanato de utensílios domésticos. A planta pode ser usada no paisagismo, devido sua bela arquitetura. Há considerável demanda mercadologia de seus produtos. Um quilo de sementes sem as fibras comercializadas para artesanato, em média 500 unidades, vale cerca de R\$ 1,00. Os frutos colhidos para a despolpa valem em média R\$ 0,30 o quilo. A polpa congelada custa para a indústria entre R\$ 1,50 e R\$ 2,00 o quilo e no varejo chega a R\$ 8,00 em 10 embalagens de 100 gramas. Cultivada com técnica apropriada, em adensamentos de matas ciliares e capoeirões naturais, vistos como áreas de preservação ambiental, seu manejo traz lucros garantidos ao investidor, suporte alimentar para o homem e animais silvestres, proteção ambiental e muita beleza paisagística. Um colhedor de frutos pode juntar até 300 quilos por dia, com rendimento de R\$ 90,00 diários^[46, 47]. Em Janeiro de 2007, em Belém, o açaí processado em graduação tradicional (com as qualidades denominadas popular, médio, grosso e papa) variava de R\$ 3,00 a R\$ 9,00 o litro.

No campo científico o açaí está presente em promissoras pesquisas. A descoberta de um tratamento dentário que tem como identificador visual de placas pigmentos baseados no açaí

mereceu rápido reconhecimento, destaque em congressos e até prêmios, culminando com o patenteamento, pela UFPA e pela Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária (Embrapa), de um produto denominado "composição evidenciadora de placa dental com corantes naturais". Pesquisadores da Universidade de São Paulo (USP), em Ribeirão Preto, experimentaram exames de ressonância magnética do aparelho digestivo com o produto oriundo do fruto do açaizeiro, conduzidos pelos físicos Draulio Barros de Araújo e Tiago Arruda Sanchez, do Departamento de Física e Matemática. O "brilho" dos órgãos digestivos garantem melhor qualidade do contraste, com imagens mais conclusivas, devido a presença de ferro e outros metais no açaí que alteram o campo magnético nos exames. O mérito está no fato de que o uso do contraste artificial comumente gera estímulos indesejáveis no estômago que podem prejudicar o diagnóstico. Além de excelente contraste, o açaí tem sabor agradável e alimenta. No quesito custo, enquanto três doses do contraste tradicional custam R\$ 210,00 a mesma quantidade de açaí não passa de R\$ 6,00^[47].

Pesquisadores da Universidade Federal do Rio de Janeiro investigam outras propriedades da polpa, que teria um promissor princípio ativo com possibilidades de prevenir e combater o câncer de próstata, além da capacidade de proteger a pele e retardar o envelhecimento^[47].

As fibras da semente do açaizeiro encontram-se fixadas ao redor da semente do fruto do açaí após o beneficiamento do suco, pois elas se localizam no mesocarpo do fruto, justamente onde se localiza a polpa. São, portanto, um subproduto da extração do suco ou polpa do açaí. Depois de desidratadas naturalmente podem ser facilmente removidas com as mãos. Possuem um comprimento médio da ordem de 12 mm. A disposição das fibras pode ser melhor visualizada nas Figuras 2.12 e 2.13.

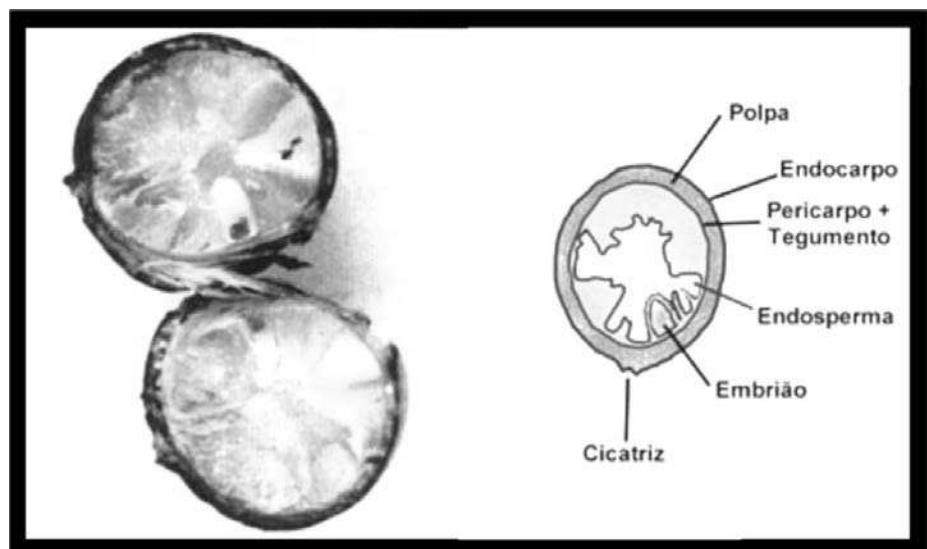


Figura 2.12 – Anatomia da semente do açaizeiro^[45].

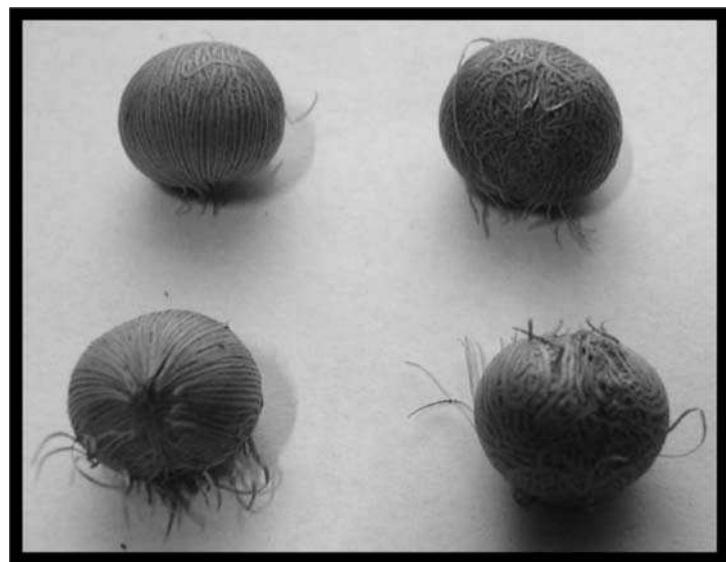


Figura 2.13 – Evidência das fibras nas sementes pós extração da polpa.

III – METODOLOGIA EXPERIMENTAL

3.1 – Caracterização da Fibra da Semente do Açaí

3.1.1 – Caracterização Morfológica

Para a análise morfológica da fibra de açaí no Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV), as amostras foram preparadas de maneira a se obter diferentes vistas das mesmas, como ilustra a Figura 3.1. Onde temos em (A) uma fotografia evidenciando os arranjos das fibras na semente de açaí; em (B) a fotografia das amostras retiradas da semente para análise com arranjo linear e aleatório das fibras, respectivamente; em (C) o preparo prévio das fibras para observação da seção transversal; em (D) a amostra para observação da seção transversal; em (E) o corte das fibras com bisturi para observação da seção longitudinal interna da fibra; e em (F) a amostra para observação da seção longitudinal interna da fibra.

Em seguida, as amostras foram submetidas ao processo de *sputtering*, Figura 3.2 (A), que consiste na metalização a fim de induzir uma condutividade elétrica superficial nas amostras para a observação das mesmas no MEV. O equipamento utilizado foi o aparelho BAL-TEC - SCD 005 Sputter Coater, onde primeiramente os porta-amostras foram fixados na câmara do equipamento e submetidas a um vácuo de 5 Pa (5×10^{-2} mBar), para então iniciar a deposição de ouro, com uma corrente de 60 mA durante 90 s, que gerou um filme fino de ouro com espessura de aproximadamente 30 nm sobre as mesmas, como mostrada através da coloração característica na Figura 3.2 (C). O controle da espessura fora feito a partir da tabela da Figura 3.2 (B), que relaciona tempo em segundos e espessura em nanometros para uma pressão de 0,05 mBar (5 Pa, aproximadamente), atingida com 1,5 minutos. O Microscópio Eletrônico utilizado é da Philips

EV, modelo XL30, do CEMM-PUCRS.

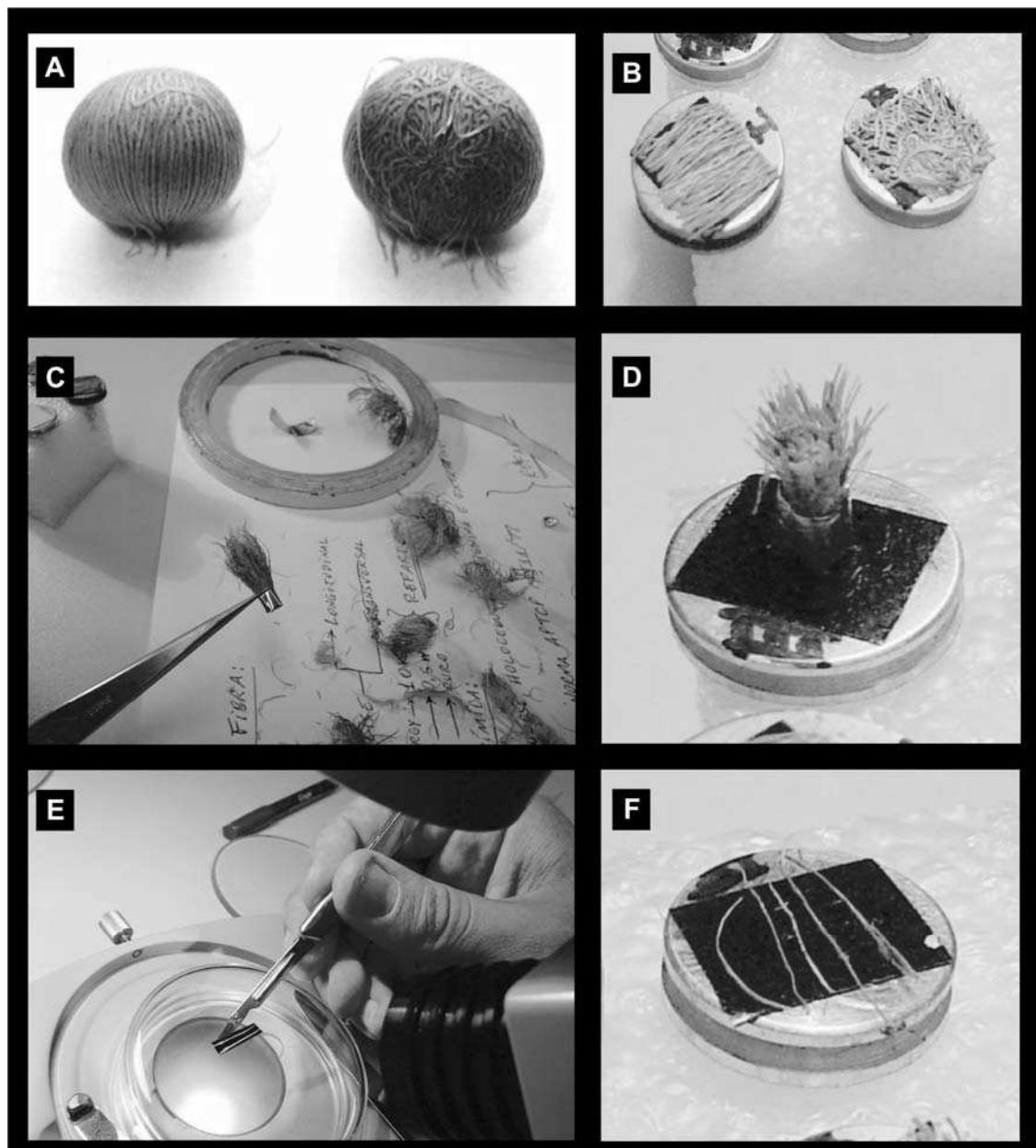


Figura 3.1 – Fotografias ilustrando as amostras preparadas para a observação das fibras de açaí no MEV.

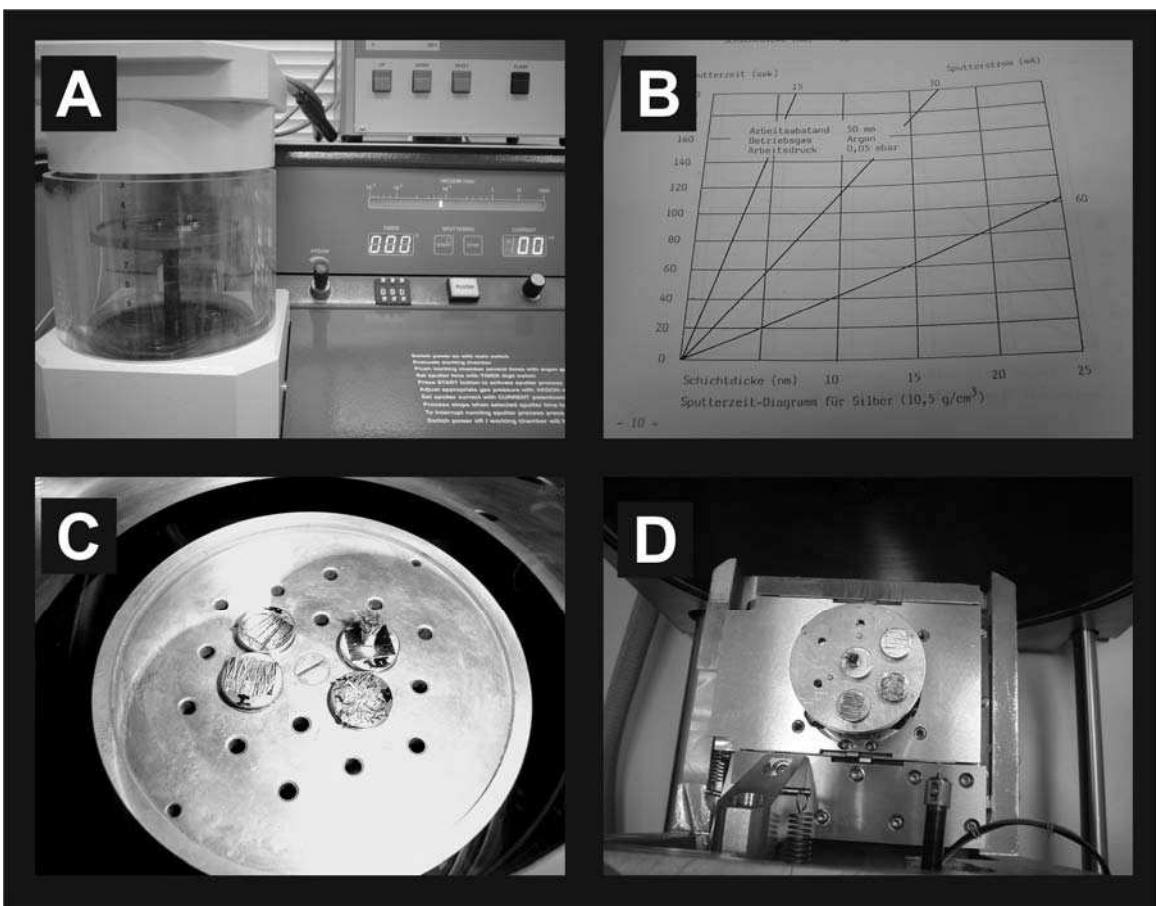


Figura 3.2 – Fotografias ilustrando o processo de metalização das amostras para análise no MEV. (A) as amostras no equipamento de *sputtering*; (B) tabela de controle da espessura do filme; (C) amostras recobertas com ouro; e (D) porta-amostras na bandeja de entrada do MEV.

3.1.2 – Caracterização Físico-química

As análises físico-químicas foram realizadas a partir das fibras da semente do açaí como agregado de mistura cimentícia (i.e. pasta, argamassa, concreto etc.) comum em materiais de construção civil.

3.1.2.1 – Análise do pH (NBR 7220/1987)

Foi utilizada como referência a norma NBR 7220 - Agregados: Determinação de Impurezas Orgânicas Húmicas em Agregado Miúdo^[48] de 1987, da Associação Brasileira de

Normas Técnicas (ABNT). Este método consistiu na adição 200 g de fibras secas ao ar e 100 mL de solução de hidróxido de sódio (30 g de hidróxido de sódio e 970 g de água) em um bêquer, em seguida o frasco foi agitado vigorosamente e deixado em repouso por 24h. Após esse período, a solução que esteve em contato com as fibras foi filtrada, sendo recolhida em um tubo Nessler, empregando-se papel de filtro qualitativo, determinando-se o pH por colorimetria.

A solução padrão para referência foi preparada pela adição de 3 mL de solução de ácido tânico (2 g de ácido tânico; 10 mL de álcool e 90 mL de água) a 97 mL da solução de hidróxido de sódio.

3.1.2.2 – Análise Termogravimétrica

A análise termogravimétrica das fibras foi realizada no Laboratório de Materiais Poliméricos (LaPol) da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS) em aparelho da marca TA Instruments, modelo TGA 2050, a uma taxa de 20°C/min.

3.1.2.3 – Análise por Espectrometria de Infra-vermelho

Obteve-se o espectro de infra-vermelho das fibras da semente do açaizeiro em um espectrofotômetro FTIR (Infra-vermelho por Transformada de Fourier) modelo Spectrum One com acessório HATR, da marca Perkin Elmer, do Laboratório de Análises Químicas da PUCRS.

3.1.2.4 – Massa Específica

Determinou-se a massa específica das fibras através do volume deslocado de álcool etílico em uma proveta a partir da inserção de uma quantidade de fibra com sua massa previamente determinada, conforme o procedido por Sarmiento & Freire^[49] para fibras de bagaço de cana-de-açúcar (*Saccharum officinarum*). A opção pelo álcool etílico é em função de sua relativa baixa densidade, para se evitar que as fibras bóiem durante o ensaio, por não se conhecer a densidade

das mesmas.

Foram pesadas em uma balança digital, modelo BG 4000 da marca GEHAKA – com resolução de 0,01 g – porções de fibras com 1,00 g de massa. Em seguida, foram inseridas, para um total de três aferições, em uma proveta com resolução de 0,5 mL, contendo 15 mL de álcool etílico, anotando-se as variações de volume. Para verificação dos resultados, o ensaio foi repetido em outra proveta com resolução de 0,1 mL, onde foi introduzido uma quantidade de fibra de 0,5 g de massa, previamente reservadas em três amostras, em 6,00 mL de álcool etílico, para comparar os dados obtidos com as aferições na proveta de menor resolução.

3.1.2.5 – Dimensões Médias

As dimensões médias (comprimento e diâmetro) foram determinadas por:

- (i) Mensuração direta, a partir de imagens de MEV da seção transversal, que foram tratadas por um *software CAD* (*Computer Assisted Drawing*), o que possibilitou dimensionar suas principais medidas com referência na escala gerada pelo MEV – exemplificada na Figura 3.3.
- (ii) Mensuração direta do comprimento das fibras alinhadas e afixadas com fita adesiva em papel escalonado – como mostra a Figura 3.4. A partir de dez sementes, escolheu-se aleatoriamente 5 fibras de cada e para o caso de fibras “Y” (conceituadas na seção 4.1.1) aferiu-se a distância entre dois extremos.

Os processos foram feitos com 50 repetições cada.

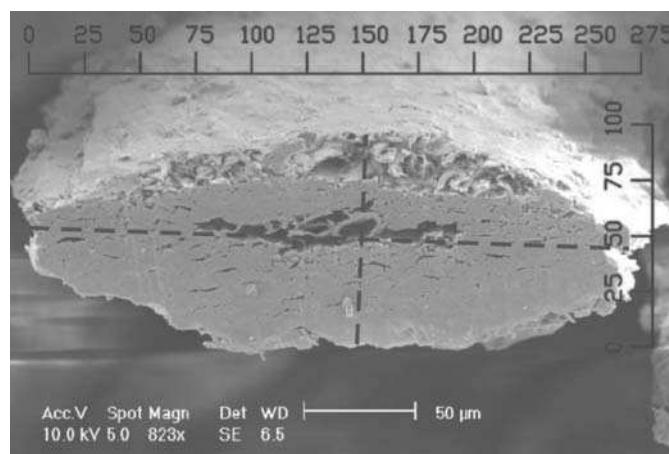


Figura 3.3 – Exemplo de medida das dimensões da fibra efetuada com auxílio de *software CAD*.

A partir da relação entre as dimensões, determinou-se algumas propriedades comuns às fibras de celulose, como o Coeficiente de Flexibilidade, o Índice de Runkel, o Índice de Enfeltramento e a Fração Parede, que são apropriações matemáticas quanto à flexibilidade, potencial de ligação entre si, enfeltramento (aglomeração em conjunto) e porcentual de microfibrilas (parede celular)^[50]. Esta análise anatômica levou em conta a largura da fibra e o diâmetro do lume médios. Tais parâmetros foram apropriados como sendo a média aritmética das 50 aferições de comprimento e largura da fibra, de espessura de parede e do diâmetro do lume.

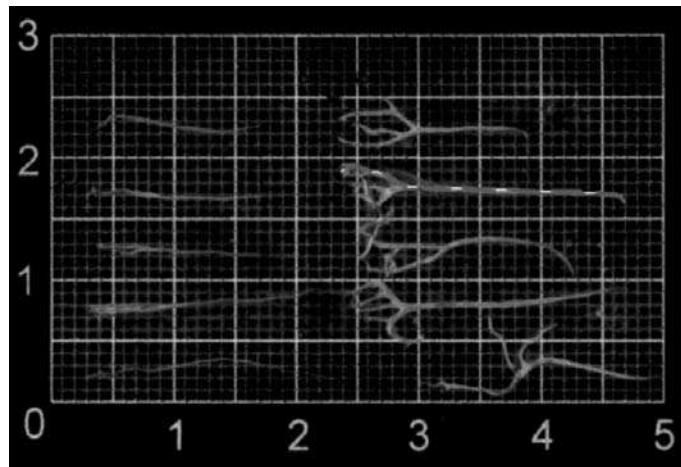


Figura 3.4 – Exemplo de medição do comprimento das fibras.

3.2 – Produção dos Compósitos

Foram produzidos corpos-de-prova cilíndricos e prismáticos de compósitos cimentícios reforçados com fibras da semente do açaizeiro. Cada mistura das variações de materiais do compósito idealizado foi denominada em função da relação matriz/reforço, i.e. o traço da argamassa como a proporção *cimento:fibras* (em massa). Para a água, foi seguida a nomenclatura padrão para as argamassas tradicionais da construção civil, expressa quantitativamente como um fator percentual, oriundo da relação da quantidade (massa) de água pela de cimento, o denominado *relação água-cimento* (a/c). O material resultante da mistura de cimento e água, somente, é denominado pasta cimentícia.

A partir da Fundamentação Teórica, para o caso das fibras utilizadas como reforço de fibrocimentos, i.e. coco e sisal, têm-se majoritariamente estudos para casos de 0% a 5% (volume)

de reforço em relação à matriz, em média, com alguns trabalhos extrapolando estes valores em até duas vezes. Idealizou-se a priori trabalhar com o intervalo de volumes retro mencionado, entretanto, em função dos recursos disponibilizados para este trabalho, não se obteve uma pasta cimentícia com boa trabalhabilidade para teores de fibras maior que 0,6%. Isso pode ser explicado pelo fato de que os trabalhos supra mencionados utilizaram para a obtenção dos compósitos uma tecnologia mais adequada, e.g. drenagem por sucção etc., enquanto o presente trabalho foi concebido para a avaliação de uso da fibra de açaí, prioritariamente. Os valores inferiores a 1% não interferiram nas análises dos comportamentos mecânicos avaliados.

Esta pesquisa teve duas etapas de produção de compósitos, a primeira realizada na Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul (PUCRS) em Porto Alegre e a segunda na Universidade da Amazônia (UNAMA) em Belém.

3.2.1 – Composição do Fibrocimento

Os fibrocimentos foram constituídos de pasta de cimento Portland e fibras da semente do açaizeiro^[38]. Para a escolha da matriz do compósito levou-se em conta critérios de praticidade, economia e desempenho final do material cimentício. No Brasil tem-se vários cimentos hidráulicos aditivados comercializados do Norte ao Sul do país. São variedades de cimentos Portland com aditivos que conferem propriedades no cimentício final, fabricados por várias marcas industriais, nacionais e regionais. Optou-se oportunamente no presente trabalho pelos: CP-IV-32 da marca gaúcha Cimbagé (Cimpor do Brasil) e CP-II-Z da cearense Cimento Poty (Votorantim Cimentos). Ambas, cimentos Portland comerciais que consistem no Portland comum, derivado de microgrãos finamente pulverizados a partir do produto do cozimento de calcário e argila, com adições de pozolana por substituição proporcional desse clínquer de 15% a 50% e com mais de 5%, respectivamente, sendo o primeiro produzido segundo a NBR 5736. Estes cimentos hidráulicos com pozolana, além do incremento anti-sulfatante, é mais impermeável e por isso relativamente mais durável. O CP-IV-32 está entre os Portlands comerciais com proporções maiores de adições, já o CP-II-Z está entre os com menores.

3.2.1.1 – Preparação das Fibras

Na primeira etapa de produção, as fibras *in natura*, removidas manualmente das sementes de açaí, foram lavadas e secas por exposição ao sol durante doze horas e armazenadas em ambiente de laboratório até a moldagem dos corpos-de-prova. Os resultados deste grupo de amostras serviram como referência para comparação com o segundo lote de corpos-de-prova.

Na etapa posterior, as fibras foram pré-tratadas visando reduzir o efeito dos extrativos (substâncias extra-celulósicas), que sofrem ataque alcalino na presença do cimento. O procedimento escolhido, bastante simples e prático, seguiu a proposta de Racines & Pama apud Sarmiento & Freire^[49], em que as fibras foram imersas em água fervente, mantendo a temperatura de fervura por 30 minutos. Posteriormente, as fibras foram colocadas em recipientes de drenagem (peneiras de aço inoxidável), onde secaram naturalmente por doze horas de exposição ao sol em bandejas plásticas, com sobreposição periódica das porções mais úmidas até o tempo completo de secagem. Ressalta-se, entretanto, que desde o tratamento químico mais simples como o utilizado até outro mais sofisticado, e.g. cozimento em solução de hidróxido de sódio (polpação soda), todos geram efluentes líquidos.

A Figura 3.5 mostra a drenagem imediata pós-cozimento e a água residual do processo termoquímico. Nota-se na fotografia (B), através da coloração da água no término do cozimento que uma parcela visível de extrativos foi removida. Todavia, a parcela de material eliminado torna-se importante para estudos de durabilidade, como será discutido posteriormente.

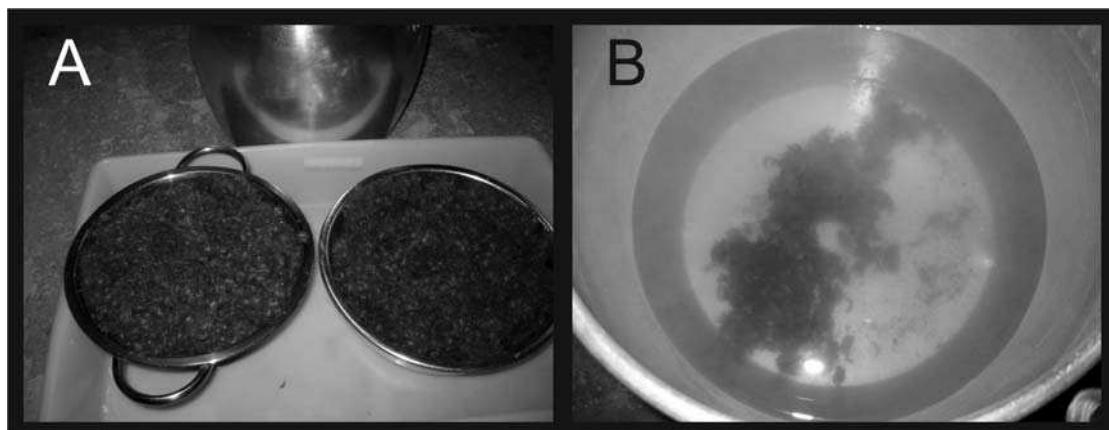


Figura 3.5 – Fotografias das (A) fibras drenando em peneiras metálicas e (B) água residual do cozimento.

3.2.2 – Proporções das Misturas Cimentícias

Na primeira etapa de produção de corpos-de-prova visou-se a execução de ensaios para determinação de absorção de água, porosidade aparente, massa específica, resistência à compressão axial e tração na flexão. Na segunda etapa, os ensaios foram os mesmos, porém ao invés do último obteve-se resistência à tração por compressão diametral. A Figura 3.6 mostra em (A) a quantidade de fibras para uma mistura e em (B) as mesmas sendo incorporadas na pasta cimentícia na primeira etapa de produção de compósitos.

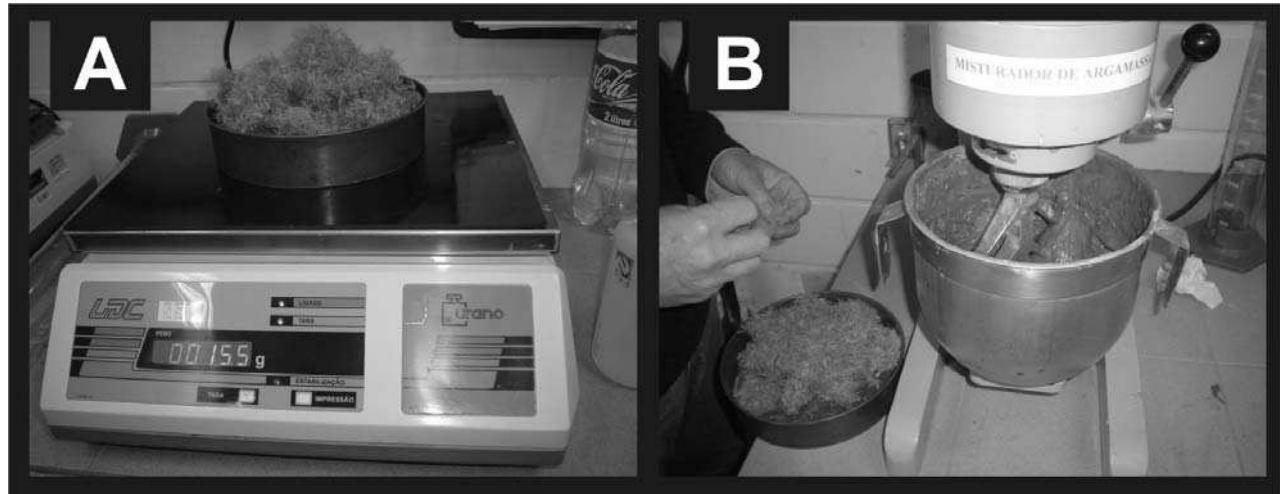


Figura 3.6 – Fotografias das (A) fibras sendo pesadas e (B) adição de fibras à pasta de cimento e água.

3.2.2.1 – Primeiro Lote de Corpos-de-Prova

A relação água-cimento (a/c) foi escolhida através de análise reológica táctil-visual durante esta primeira batelada dos compósitos com o manuseio da pasta fibrocimentícia utilizando colher de pedreiro, por tentativa-e-erro, até se obter uma boa trabalhabilidade manual da mistura. Foram feitos três tipos de mistura cimentícia, conforme descrito a seguir.

Para o primeiro traço, a referência (0% de fibra), foi primeiramente pesado 2.500 g de cimento e colocado em um misturador de argamassas Emic, modelo 5025. Esta quantidade foi escolhida em função da capacidade volumétrica do recipiente do equipamento. Pesou-se também 1.000 g de água em uma proveta milimetrada e 50 g de fibras, após pesagem prévia. À

argamasseira foi adicionado o cimento e imediatamente começou-se a adição gradativa de água, observando-se a reologia da mistura. Também de forma gradativa foi adicionada pequena quantidade de fibra (0,3-0,5% de teor de fibra), com o mesmo controle visual.

Foi alcançado uma relação água-cimento (a/c) de 0,28, ou seja, 700 mL de água, por comparação com o valor inicial de 1.000 g e a quantidade máxima de fibras obtida foi de 15 g. Obteve-se três traços de mistura de cimento Portland e fibra, com relação água-cimento (a/c) igual a 0,28:

- (i) Traço 1 (01PASTA), a referência, 1:0 (0% de fibras);
- (ii) Traço 2 (02FMAX), com uma quantidade de fibras de 15 g, 1:0,006 (0,5% em volume de fibras); e
- (iii) Traço 3 (03FMIN), com uma quantidade de fibras de 7,5 g, 1:0,003 (0,3% de fibras, em volume).

Assim, obteve-se as três misturas elencadas na Tabela 3.1, que também apresenta as quantidades de corpos-de-prova produzidos nesta etapa. O ensaio de tração na flexão, em função das dificuldades expostas em **3.2.2.2**, dos custos de realização deste e, ainda, por terem sido procedidos na época da transição regional a qual este trabalho foi submetido, teve apenas o rompimento de corpos-de-prova aos sete dias de idade.

A quantidade de reforço em relação volumétrica com a matriz, denominada teor de fibras (T_f), foi calculada de acordo com a equação (3.1):

$$T_f = \frac{\frac{m_f}{\mu_f}}{\frac{m_c}{\mu_c} + \frac{m_a}{\mu_a}} \quad (3.1)$$

Onde:

m_f = massa de fibras (g);

μ_f = massa específica da fibra (1,1 g/cm³);

m_c = massa de cimento (g);

μ_c = massa específica do cimento (1,4 g/cm³);

m_a = massa de água (g), e

μ_a = massa específica da água (1,0 g/cm³).

Para um saco comercial de 50 kg, a literatura sobre cimento Portland sugere para sua massa específica aparente os valores da ordem de 1,50 kg/dm³ e 35 dm³, o que equivale a 1,43 kg/dm³. Foi adotado o valor de 1,4 g/cm³ para os cálculos da Equação 3.1.

Tabela 3.1 – Composição das Misturas Cimentícias – I.

Mistura	Cimento (g)	Água (g)	Fibras (g)	Teor de Fibras (% em volume)	Quantidades de Corpos-de-Prova				
					Compressão Axial		Tração na Flexão		Propriedades Físicas (CPs prismáticos)
					7	28	7	28	
01PASTA	2500	700	0	0,0%	3	3	3	3	3
02MAX	2500	700	15	0,5%	3	3	3	3	3
03MIN	2500	700	7,5	0,3%	3	3	3	3	3

A Figura 3.7 ilustra alguns passos do procedimento de produção dos corpos-de-prova moldados na primeira etapa de produção de compósitos realizada no LAMAT (Laboratório de Materiais de Construção) da PUCRS.

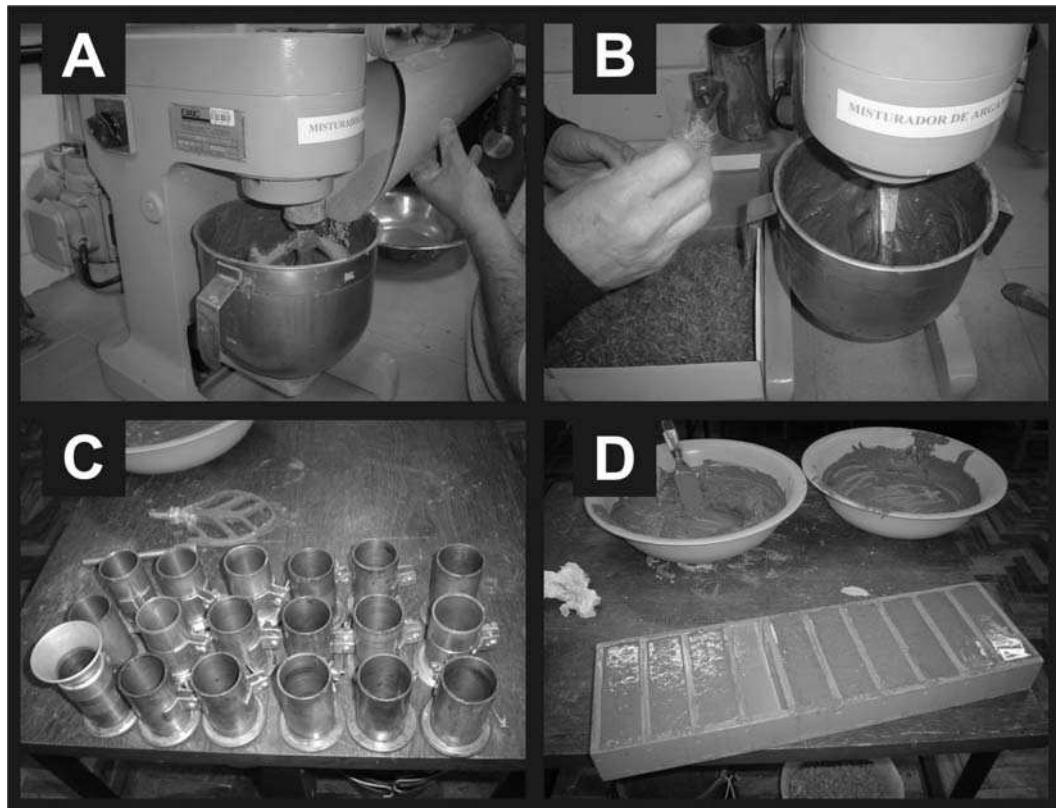


Figura 3.7 – Fotografias da (A) adição de água ao cimento; (B) adição de fibras à pasta; (C) moldes cilíndricos; e (D) corpos-de-prova prismáticos na forma imediatamente após a moldagem.

3.2.2.2 – Segundo Lote de Corpos-de-Prova

Para este lote, manteve-se a relação água/cimento em 0,28 e optou-se por teores de fibra de 0,2%, 0,3% e 0,4%, além da referência (0%), buscando-se um maior detalhamento do intervalo entre nenhuma fibra (amostra de referência) e o teor máximo (0,5%) da batelada do Primeiro Lote. Entretanto, desta vez optou-se pelo CP-II-Z como cimento, por critério de oportunidade e regionalidade.

Nesta etapa, realizada no Laboratório de Materiais de Construção do Departamento de Engenharia Civil da Universidade da Amazônia, em Belém, modificou-se a ordem de adição de cimento da mistura. Assim, na produção dos compósitos, nesta produção se optou pela adição de metade da água às fibras previamente dispostas no recipiente de um equipamento modelo 5010, da Emic. Então, parcelas de massa de cimento Portland e da outra metade de água foram adicionadas em intervalos variáveis. A Figura 3.8 mostra os principais passos utilizados para a produção de compósitos na segunda etapa.



Figura 3.8 – Fotografias da (A) argamasseira; (B) fibras e metade d'água; (C) fibras, parte d'água e parte do cimento; (D) mistura completa; (E) adensamento; e (F) corpos-de-prova moldados.

As quantidades de massa inseridas por vez na argamasseira foram alteradas, em relação à Primeira Batelada, para que se obtivesse em um traço produzido todos os corpos-de-prova para

um mesmo ensaio mecânico, com repetição para as duas idades, de sete e vinte e oito dias, e para os espécimes ensaiados para determinação de propriedades físicas, i.e. quinze corpos-de-prova.

Em função dos resultados dos ensaios mecânicos da primeira etapa, optou-se nesta etapa pela produção de corpos-de-prova cilíndricos somente, inclusive para a determinação de resistência à tração – no caso, por relação matemática entre as cargas de ruptura por compressão diametral e as dimensões dos espécimes ensaiados. Foram produzidos 60 corpos-de-prova, sendo 48 para os ensaios mecânicos e 12 para os de propriedades físicas. A Tabela 3.2 mostra a massa de fibras com as proporções das misturas produzidas nesta etapa.

Tabela 3.2 – Composição das Misturas Cimentícias – II.

Mistura	Cimento (g)	Água (g)	Fibras (g)	Teor de Fibras (% em volume)	Quantidades de Corpos-de-Prova				
					Compressão Axial		Tração na Flexão		Propriedades Físicas (CPs cilíndricos)
					7	28	7	28	
T1-00F	2600	728	0,00	0,0%	3	3	3	3	3
T2-02F	2600	728	5,69	0,2%	3	3	3	3	3
T3-03F	2600	728	8,53	0,3%	3	3	3	3	3
T4-04F	2600	728	11,37	0,4%	3	3	3	3	3

$$m_f = \left(\frac{m_c}{\mu_c} + \frac{m_a}{\mu_a} \right) \times T_f \times \mu_f \quad (3.2)$$

Onde:

m_f = massa de fibras (g);

m_c = massa de cimento (g);

μ_c = massa específica do cimento ($1,4 \text{ g/cm}^3$);

m_a = massa de água (g);

μ_a = massa específica da água ($1,0 \text{ g/cm}^3$);

T_f = teor de fibras (volume), e

μ_f = massa específica da fibra ($1,1 \text{ g/cm}^3$).

3.2.3 – Moldagem dos Corpos-de-Prova

Os corpos-de-prova para os ensaios mecânicos e de determinação de propriedades físicas, foram moldados de acordo com a norma brasileira NBR 5738 - Concreto: Procedimento para Moldagem e Cura de Corpos-de-Prova^[51] de 2003, da Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT), que prescreve o procedimento para produção de corpos-de-prova cilíndricos, utilizados nos ensaios de compressão axial e de tração por compressão diametral, e de corpos-de-prova prismáticos, utilizados no ensaio de tração na flexão.

As dimensões das amostras adotadas foram de 5 cm de diâmetro por 10 cm de altura, para os espécimes cilíndricos, e de 5 cm por 5 cm na secção quadrada por 17 cm (15 cm de vão útil para o ensaio) de comprimento, para os prismáticos, de acordo com o exigido pelas normas em referência^[48, 51, 52, 53, 54]. Foram utilizados moldes cilíndricos de aço, padrões, de cada laboratório e, na Primeira Etapa, moldes prismáticos manufaturados especialmente para este trabalho, de madeira compensada ($e = 12$ mm) revestida com pintura esmalte sintética não-absorvente e não-reagente com o cimento Portland e suficientemente resistente para manter sua forma durante a operação de moldagem.

O procedimento descrito a seguir foi adotado nas duas etapas de produção dos compósitos e para ambos corpos-de-prova, cilíndricos e prismáticos. Antes da moldagem, os moldes foram convenientemente revestidos internamente com fina camada de óleo mineral. A partir das argamassas, foi realizada remistura manual prévia no recipiente da argamasseira removido do equipamento, para garantir a sua uniformidade. Na introdução da massa, a espátula foi deslocada ao redor da borda do molde, a fim de assegurar uma distribuição simétrica, seguida imediatamente de nivelamento com haste de adensamento em movimentos circulares. A introdução das misturas no molde foi feita em três etapas com volumes aproximadamente iguais e adensados por 30 golpes, efetuados pelo mesmo operador (visando manter condições de força e intensidade), com a haste de adensamento, de aço, cilíndrica, com superfície lisa, diâmetro de 16 mm, comprimento de 60 cm e com os dois extremos em forma semi-esférica com diâmetro igual ao da haste.

No adensamento, a primeira camada foi atravessada em toda a sua espessura, evitando-se golpear a base do molde. As outras duas camadas foram também adensadas em toda a sua espessura, com a haste penetrando aproximadamente 20 mm na camada anterior – o controle foi

visual a partir da marcação no comprimento da haste. Os golpes foram distribuídos da forma mais uniforme possível em toda a secção dos moldes. A cada camada adensada, foram efetuados golpes nas faces externas dos moldes, a fim de se eliminar possíveis vazios na massa. A última camada foi moldada com quantidade em excesso da mistura, de forma que, quando adensada, completou-se todo o volume do molde e possibilitou-se o seu rasamento com colher de pedreiro, eliminando o material em excesso.

Durante as primeiras 24 h para os espécimes cilíndricos e 48 h para os prismáticos, os corpos-de-prova foram armazenados em local protegido de intempéries, devidamente cobertos com material não reativo e não absorvente, com a finalidade de evitar perda d'água, dispostos sobre superfície horizontal rígida para cura. Após o período de 24 h e 48 h, para os cilíndricos e prismáticos respectivamente, os corpos-de-prova foram desmoldados, identificados e armazenados em tanque de cura até o momento de cada ensaio, obedecendo-se a NBR 9479 - Câmaras Úmidas e Tanques para Cura de Argamassa e Concreto^[52] de 1994.

Após a cura, pouco antes dos ensaios mecânicos foi feito o capeamento normatizado nos corpos-de-prova cilíndricos, na Primeira Batelada, e na Segunda, foi feita a retificação de todos os corpos-de-prova (identicamente cilíndricos). Este último processo consiste na remoção, por meios mecânicos, de uma fina camada de material do topo do espécime preparado, proporcionando uma superfície lisa e livre de ondulações e abaulamentos. Ambos os procedimentos foram efetuados de acordo com a NBR 5738/2003^[51].

3.3 – Caracterização dos Compósitos

3.3.1 – Ensaios de Determinação de Propriedades Físicas

As propriedades físicas dos compósitos produzidos como massa específica, porosidade aparente e absorção de água, comumente monitoradas no controle tecnológico de misturas cimentícias (ASTM C 948/1981), foram determinadas.

A massa específica, a porosidade aparente e a absorção de água foram obtidas através de cálculo entre os valores de massas seca, saturada com superfície seca e imersa, obtidas por pesagem dos corpos-de-prova mantidos por 24 h em estufa a 105°C, em seguida em tanque

d'água para saturação também por 24 h, sendo pesados ao final de cada processo, com os valores de massa anotados para cada corpo-de-prova individual.

- **Massa Específica** (i.e. densidade seca): A massa específica (μ_{CP}), em g/cm³, foi determinada de acordo com a equação (3.3).

$$\mu_{CP} = \frac{m_{seca}}{m_{saturada} - m_{imersa}} \quad (3.3)$$

Onde:

m_{seca} = massa seca do CP;

$m_{saturada}$ = massa saturada do CP, e

m_{imersa} = massa imersa do CP.

- **Porosidade Aparente:** A porosidade aparente (P_a) foi determinada de acordo com a equação (3.4).

$$P_a = \frac{m_{saturada} - m_{seca}}{m_{saturada} - m_{imersa}} \times 100\% \quad (3.4)$$

Onde:

$m_{saturada}$ = massa saturada do CP;

m_{seca} = massa seca do CP, e

m_{imersa} = massa imersa do CP.

- **Absorção de Água:** A absorção de água (Ab_a) dos corpos-de-prova foi determinada de acordo com a equação (3.5)..

$$Ab_a = \frac{m_{saturada} - m_{seca}}{m_{seca}} \times 100\% \quad (3.5)$$

Onde:

$m_{saturada}$ = massa saturada do CP, e

m_{seca} = massa seca do CP.

3.3.2 - Ensaios Mecânicos

Foram conduzidos três dos ensaios mecânicos efetuados para o controle tecnológico de materiais cimentícios para aplicação na construção civil, separadamente descritos a seguir.

3.3.2.1 - Ensaio de Compressão Simples (NBR 7215/1996 e NBR 5739/1994)

A resistência à compressão axial foi determinada através da NBR 7215 - Cimento Portland: Determinação da Resistência à Compressão^[53] de 1996 e da NBR 5739 - Concreto: Ensaio de Compressão de Corpos-de-Prova Cilíndricos^[54] de 1994. Este ensaio foi realizado em duas etapas, a primeira em Porto Alegre na PUCRS e a segunda em Belém na UNAMA (Figura 3.9). Os ensaios foram realizados em uma prensa PC 200 I, modelo 5633, de marca Emic, na primeira fase. Já na segunda, utilizou-se o mesmo tipo de prensa, porém de modelo 5500. Nos dois casos, os equipamentos atendem os requisitos da NBR 6156 - Máquina de Ensaio de Tração e Compressão - Verificação: Método de Ensaio^[55] de 1983.

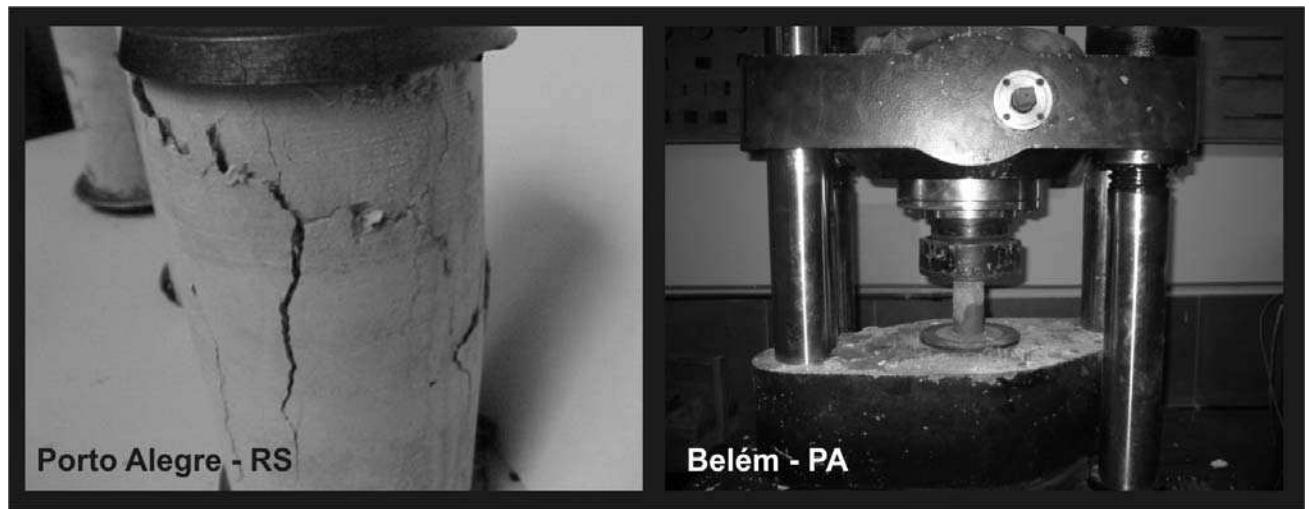


Figura 3.9 – Corpo-de-prova da primeira etapa rompido e da segunda, no momento do ensaio.

Em ambas as etapas, os corpos-de-prova foram centralizados no prato inferior da prensa com auxílio dos círculos concêntricos de referência, para cada rompimento individual. A resistência à compressão é fornecida pelo *software* do equipamento, da forma teórica de que a

tensão (σ) é igual à carga aplicada (F) sobre a área (A) da seção transversal da amostra ensaiada ($\sigma = \frac{F}{A}$).

3.3.2.2 – Ensaio de Tração na Flexão (NBR 12142/1991)

Na primeira etapa de ensaios mecânicos, em Porto Alegre, os corpos-de-prova foram rompidos por ensaio de tração na flexão. Foram ensaiados primeiramente dois corpos-de-prova de duas misturas, chamadas 01ARG e 02MAX, denominados CP1-01ARG e CP1-02MAX, prismáticos, na mesma máquina universal de ensaios do ensaio de compressão desta etapa. Entretanto, houve dificuldade de se adequar o tamanho do corpo-de-prova à prensa mecânica da PUCRS. Em função disso, optou-se por realizar os demais ensaios na Fundação de Ciência e Tecnologia (CIENTEC) do RS por método análogo à ASTM C293/1994.

A Figura 3.10 esquematiza o ensaio prescrito pela NBR 12142 - Concreto: Determinação da Resistência à Tração na Flexão em Corpos-de-Prova Prismáticos^[56] de 1991. Salienta-se o fato de que, em geral, os ensaios de flexão são idealizados basicamente da mesma maneira, carregamentos cisalhantes em três ou mais pontos de carga, ou seja, o esquema abaixo é semelhante ao procedimento da norma da *American Society For Testing and Materials* (ASTM) supracitada.

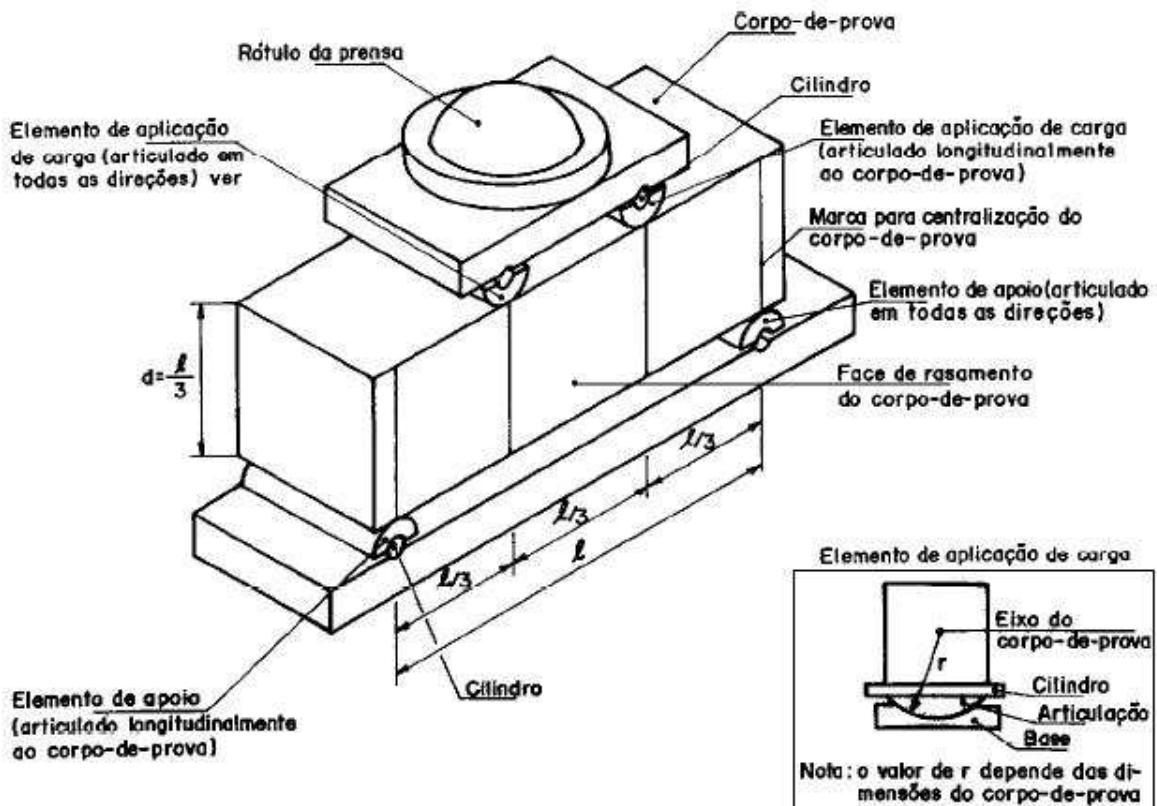


Figura 3.10 - Esquema do ensaio prescrito pela NBR 12142/1991^[56].

3.3.2.3 - Ensaio de Tração por Compressão Diametral (NBR 7222/1994)

Optou-se por realizar este ensaio em decorrência das observações referentes ao ensaio de tração na flexão realizado e da presente revisão bibliográfica. As dificuldades e os valores de difícil análise do ensaio anterior, podem estar relacionados às dimensões dos corpos-de-prova produzidos e com o fato que as normas da ABNT e ASTM destinam-se a Concretos de Cimento Portland (CPP) e que os fibrocimentos têm seu melhor desempenho após a primeira fissura para corpos esbeltos – sem nenhuma influência do peso próprio – e que muito provavelmente o ensaio de resistência à tração na flexão de seção quadrada não devesse ser utilizado para o compósito fibrocimentício pertinente à presente pesquisa.

De fato, caso se considere apenas o fator da escala desses corpos prismáticos, que possuem seção quadrada e comprimento (vão útil do ensaio) três vezes maior que o lado da seção, pode se conceber a aplicação desses espécimes para o ensaio idealizado. Entretanto, levando-se em consideração o diâmetro muito reduzido das fibras em relação ao lado da seção

destes corpos-de-prova, percebe-se que a menor escala possível que atenda à norma ($4 \times 4 \times 12$ cm) não resulta em um comportamento de um corpo esbelto à flexão – devido à influência do peso próprio ser superior ao desempenho de rigidez inerente aos corpos esbeltos (i.e. flexibilidade).

Pela norma NBR 7222 - Argamassa e Concreto: Determinação da Resistência à Tração por Compressão Diametral^[57] de 1994, equação (3.6), percebe-se que a resistência à tração dos espécimes não sofre influência do peso próprio de um corpo-de-prova cilíndrico. Por isto, e pelo fato de que esta norma inclui em sua aplicação argamassas, mas similares aos fibrocimentos em questão, utilizou-se esta norma para obtenção da resistência à tração dos compósitos desta pesquisa.

$$R_{t(CD)} = \frac{2 \times P}{\pi \times D \times L} \quad (3.6)$$

Onde:

$R_{t(CD)}$ = resistência à tração por compressão diametral (MPa);

P = carga de ruptura (kgf);

D = diâmetro do corpo-de-prova (CP), e

L = altura do CP.

O procedimento foi realizado em Belém, no Laboratório de Materiais de Construção da Universidade da Amazônia. Para cada ensaio os corpos-de-prova foram colocados de modo a repousar ao longo da geratriz do cilindro, sobre o prato inferior do equipamento de compressão. A norma exige que sejam colocadas entre os pratos e o corpo-de-prova duas tiras de chapa dura de fibra de madeira de comprimento igual ao da geratriz do espécime e seção transversal de acordo com a Figura 3.11, neste caso $b = 7,5$ mm e $h = 3,5$ mm.

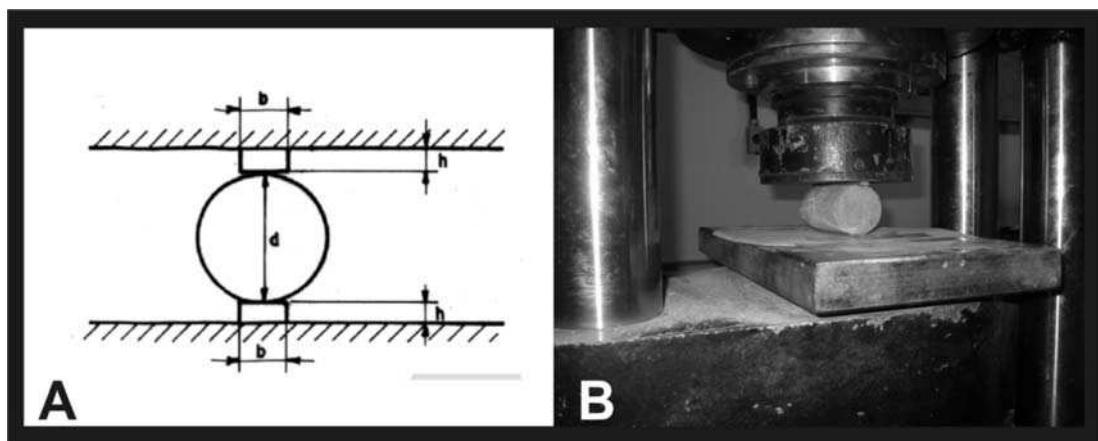


Figura 3.11 – (A) Esquema do Ensaio de Tração por Compressão Diametral^[55] e (B) Corpo-de-prova pronto para o ensaio.

IV – APRESENTAÇÃO E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

4.1 – Propriedades da Fibra

4.1.1 – Morfologia

É válido lembrar que nesta amostragem as fibras que foram analisadas morfológicamente no MEV não sofreram nenhum tratamento prévio. A estrutura morfológica estudada neste capítulo está assim focada na forma estrutural lignocelulósica da fibra, i.e. da estrutura da celulose arranjada espacialmente com a lignina.

A Figura 4.1, mostra a superfície da fibra da semente do açaizeiro obtida a partir da Amostra III (Figura 3.1-C). Nota-se a presença de alguns círculos com uma saliência interna em relevo espalhados aleatoriamente sobre a superfície da fibra, que são microgrãos da polpa do fruto, sensíveis ao tato na degustação. Pelo fato de as fibras de açaí se encontrarem no mesocarpo juntamente com a polpa, têm-se vários extrativos no material lignocelulósico, i.e. resíduos da polpa não removidos na despolpa do fruto, visto que tais fibras analisadas no MEV não terem sido submetidas ao tratamento das fibras da Primeira Etapa deste trabalho.

Na Figura 4.2 se pode notar que o baixo relevo à direita da imagem tem o resultado da forma de um microgrão impresso, que foi extraído da superfície da fibra.

Macroscopicamente é possível notar que as fibras retiradas da parte superior da semente (Amostra IV na Figura 3.1-C) apresentam bifurcações em seus prolongamentos, tomando a forma de um “Y”, longitudinalmente. Pode-se visualizar este tipo de fibra na Figura 4.3, em um aumento pequeno (145x) e inclusive uma pequena fissura no encontro dos prolongamentos bifurcados. Esta característica pode levar esta região da fibra a apresentar baixa resistência mecânica, dependendo da direção do esforço.

Como mencionado na metodologia, a amostra para análise da seção transversal (Amostra I na Figura 3.1-C) foi obtida através de corte com estilete. Em função desse corte

era de se esperar uma deformação na amostra, i.e. um achatamento da secção transversal em função da pressão inicial da lâmina com as fibras até o início do corte. Porém, a visualização das amostras no MEV (Figura 4.4) indicou que o achatamento da secção transversal não existia somente na região de corte, prolongando-se ao longo da fibra e, portanto levando a crer que as fibras originalmente possuem uma secção transversal mais próxima de uma forma elíptica, característica não identificável macroscopicamente. O formato elíptico da fibra é também perceptível pelo tato, fazendo-se movimentos de rolamento da fibra entre o polegar e o indicador.

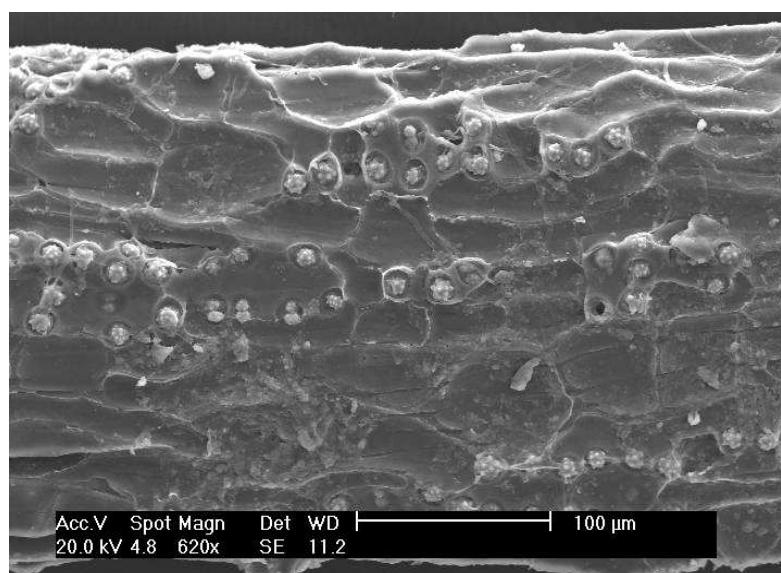


Figura 4.1 - Micrografia do perfil longitudinal da fibra com ampliação de 620x.

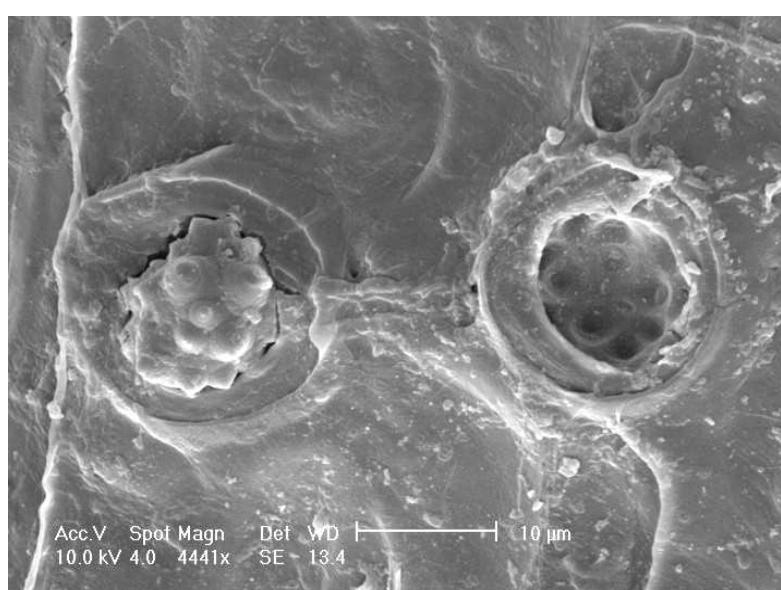


Figura 4.2 - À esquerda, um microgrão, e à direita, baixo relevo impresso por outro na superfície da fibra com ampliação de 4441x.

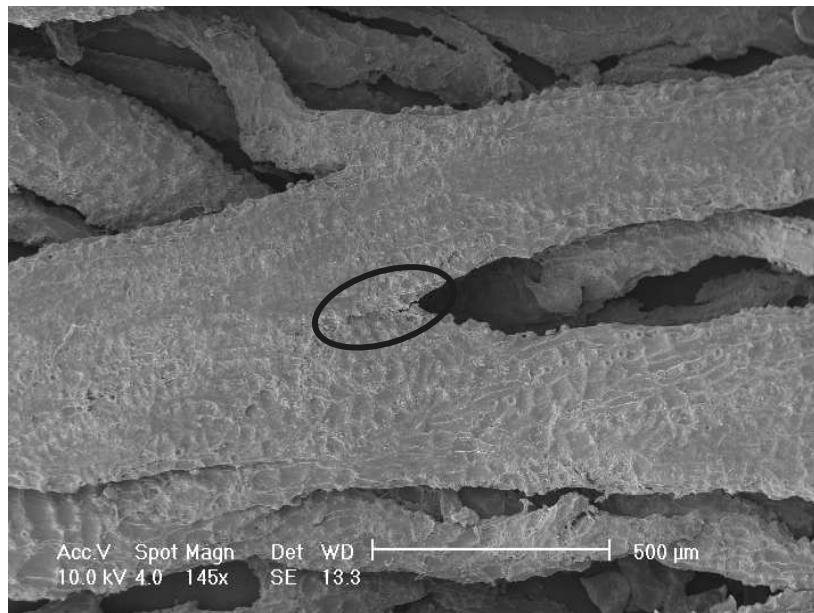


Figura 4.3 - Fibra com configuração longitudinal em “Y” e encontro dos prolongamentos com fissura (no detalhe) com ampliação de 145x.

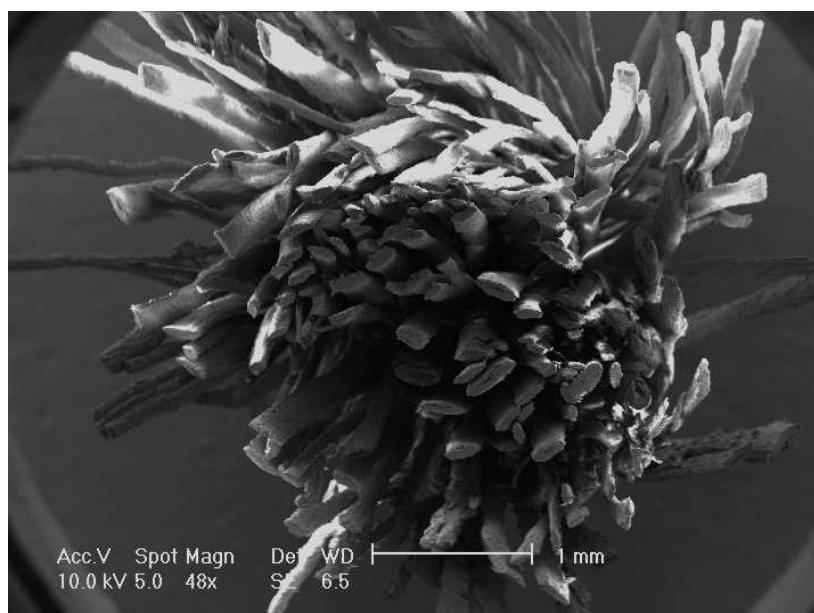


Figura 4.4 - Visão geral da Amostra I (secção transversal) com ampliação de 48x.

Na Figura 4.5, com uma ampliação maior, pode-se ver que as secções transversais obtidas estão bem próximas das seções originais, tendo então sofrido pouca deformação em função do corte, a não ser pela possível criação de vazios em volta do lume com maior prolongamento na direção axial.

Na micrografia da Figura 4.6, pode-se ver parte do lume – no lado esquerdo da imagem, sobreposta por cima e por baixo por aglomerados de microfibrilas (cadeia polimérica de celulose linear). Isso indica que nesse ponto houve a mudança da posição do corte em

relação ao eixo do lume, passando do lado espacial posterior ao plano do papel para o lado espacial entre o plano do papel e o leitor.

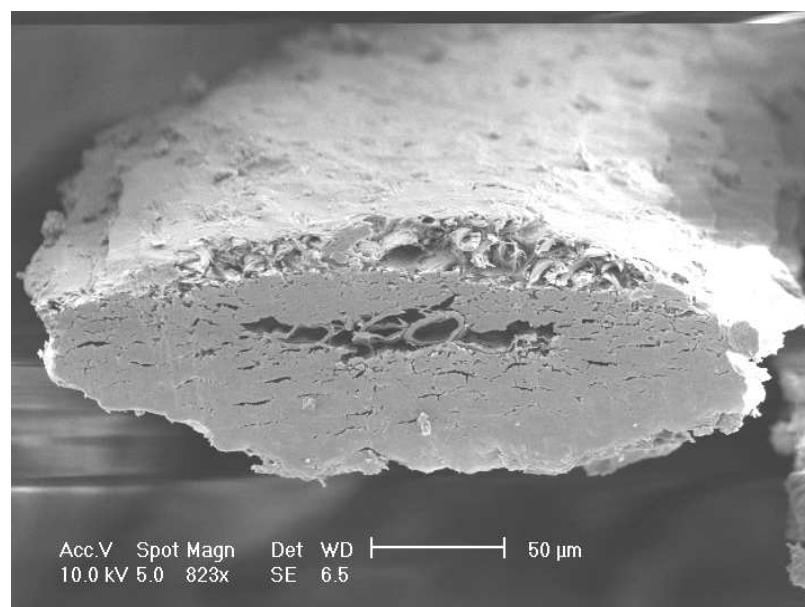


Figura 4.5 - Seção transversal (Amostra I) com ampliação de 823x.

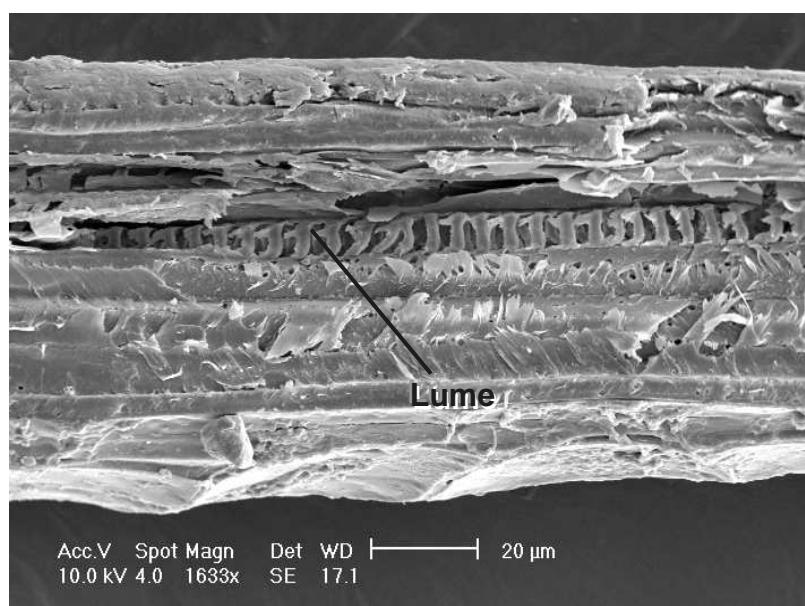


Figura 4.6 – Lume a partir da seção longitudinal (Amostra II) com ampliação de 1633x.

Na Figura 4.7, pode-se ver as camadas de microfibrilas compreendidas entre intervalos da altura da fotomicrografia. Esta imagem corresponde à mesma região da seção longitudinal da Figura 4.6, com camadas de microfibrilas visíveis na parte inferior, diferenciadas pela alteração da orientação das fibrilas.

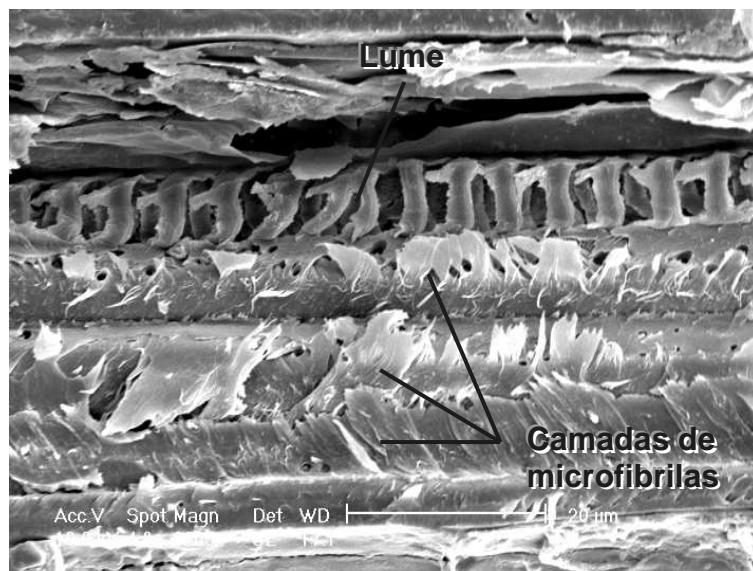


Figura 4.7 – Detalhe do lume cortado longitudinalmente e camadas de microfibrilas visíveis na parte inferior com ampliação de 3265x.

Na micrografia da Figura 4.8 pode-se notar um trecho do lume que foi extraído quase que intacto da sua situação natural, onde se pode notar o comportamento espiralado do mesmo, traduzindo a direção helicoidal de desenvolvimento deste.

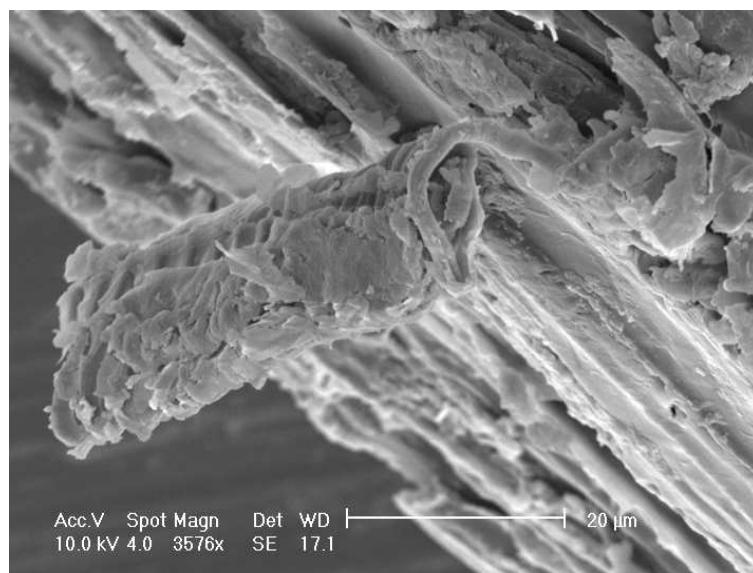


Figura 4.8 - Trecho do lume “suspenso” e evidência do comportamento espiralado, com aumento de 3576x.

A Figura 4.9 apresenta, de forma infográfica básica, a proposta de estrutura morfológica lignocelulósica interna, simplificada, da fibra de semente de açaí, não estando representados no desenho os detalhes superficiais e as variações de orientação longitudinal da fibra.

Concebeu-se o desenho a partir da projeção da secção transversal elíptica na terceira dimensão e a abstração matemática geométrica encontra-se na Figura 4.9 nas formas de F_1 e F_2 , os focos da elipse, e de D e d , diâmetro maior e diâmetro menor, respectivamente. Entretanto, é válido ressaltar que as seções naturais reais destas fibras não são perfeitamente elípticas, sendo mais achadas que estas e não possuindo, portanto, as constantes matemáticas de focos e diâmetros de elipse, o que levou a adoção de outras referências dimensionais que serão expostas em 4.1.2.5. Em 3D idealizou-se cortes retangulares perfeitos das camadas, desde a camada superficial até a camada adjacente ao lume, separadas neste intervalo por várias camadas de microfibrilas orientadas em espiral.

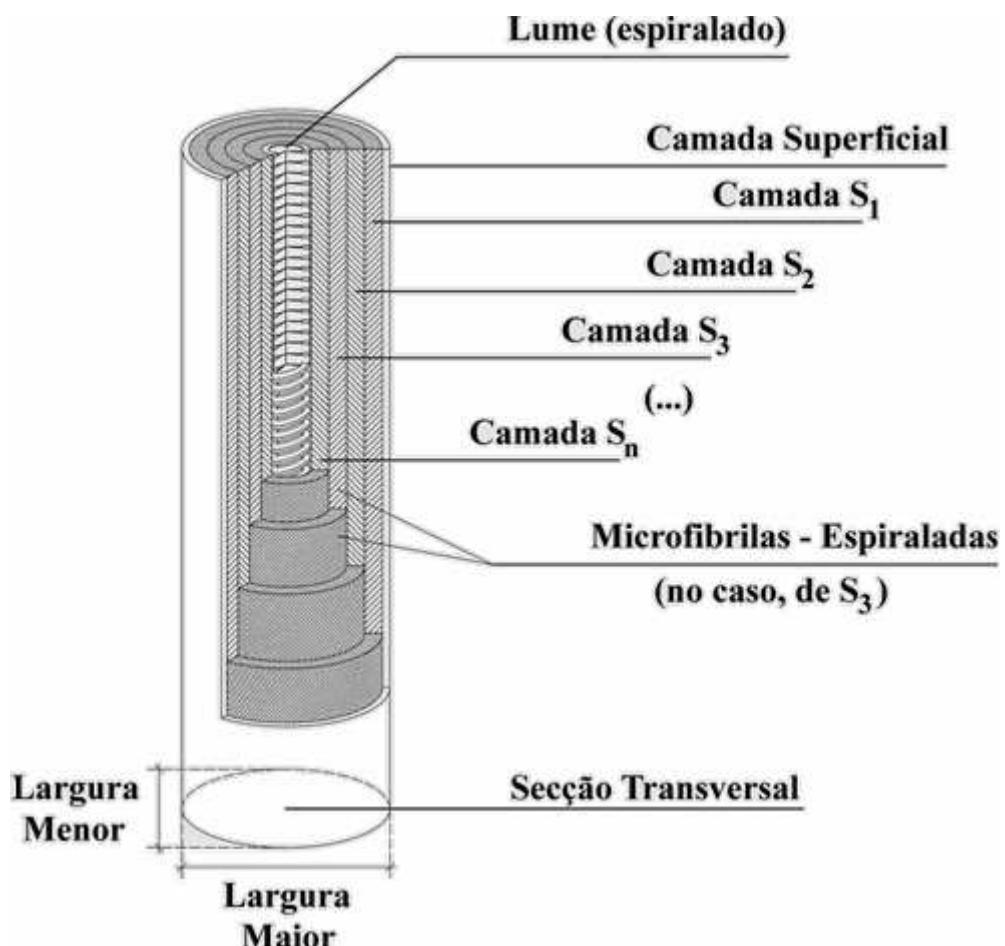


Figura 4.9 - Representação esquemática proposta da estrutura morfológica interna simplificada das fibras de açaí.

4.1.2 – Propriedades Físico-Químicas

4.1.2.1 – O pH

Conforme descrito em 3.1.2.1, foi determinado o pH da fibra da semente do açaizeiro por colorimetria, a partir da coloração da solução onde as fibras ficaram imersas durante o ensaio comparou-se com gradiente de cores e obteve-se o pH igual a 6 (seis). A Figura 4.10 mostra a coloração da solução resultante da submissão das fibras ao ensaio prescrito pela NBR 7220^[48]. Assim, pode-se inferir que se trata de uma fibra de baixa alcalinidade. Há indicações, a partir disto, que um tratamento químico de ataque à lignina provavelmente reduziria ainda mais a alcalinidade das fibras, visto que a fibra pós-tratamento seria constituída em sua maior parte de celulose.



Figura 4.10 – Fibras submetidas ao ensaio de pH segundo a NBR 7220/1987.

4.1.2.2 – Termogravimetria

A Figura 4.11 mostra a curva termogravimétrica para a fibra da semente de *Euterpe oleracea*. Alguns comentários iniciais sobre as reações específicas desta fibra serão discorridos a seguir, levando-se em consideração curvas de outra fibra lignocelulósica, o sisal, muito utilizada como reforço para materiais de engenharia.

Já que as fibras analisadas não sofreram nenhum tipo de tratamento que não a lavagem em água corrente, outros materiais não-celulose compõem a amostra. Os fenômenos implícitos na curva termogravimétrica da Figura 4.11 incluem processos de degradação de celulose, hemicelulose, lignina e pectina, entre outros materiais constituintes dos vegetais em geral, além de açúcares e outros, devido às fibras de açaí serem provenientes do mesocarpo, onde se encontra a polpa frutífera.

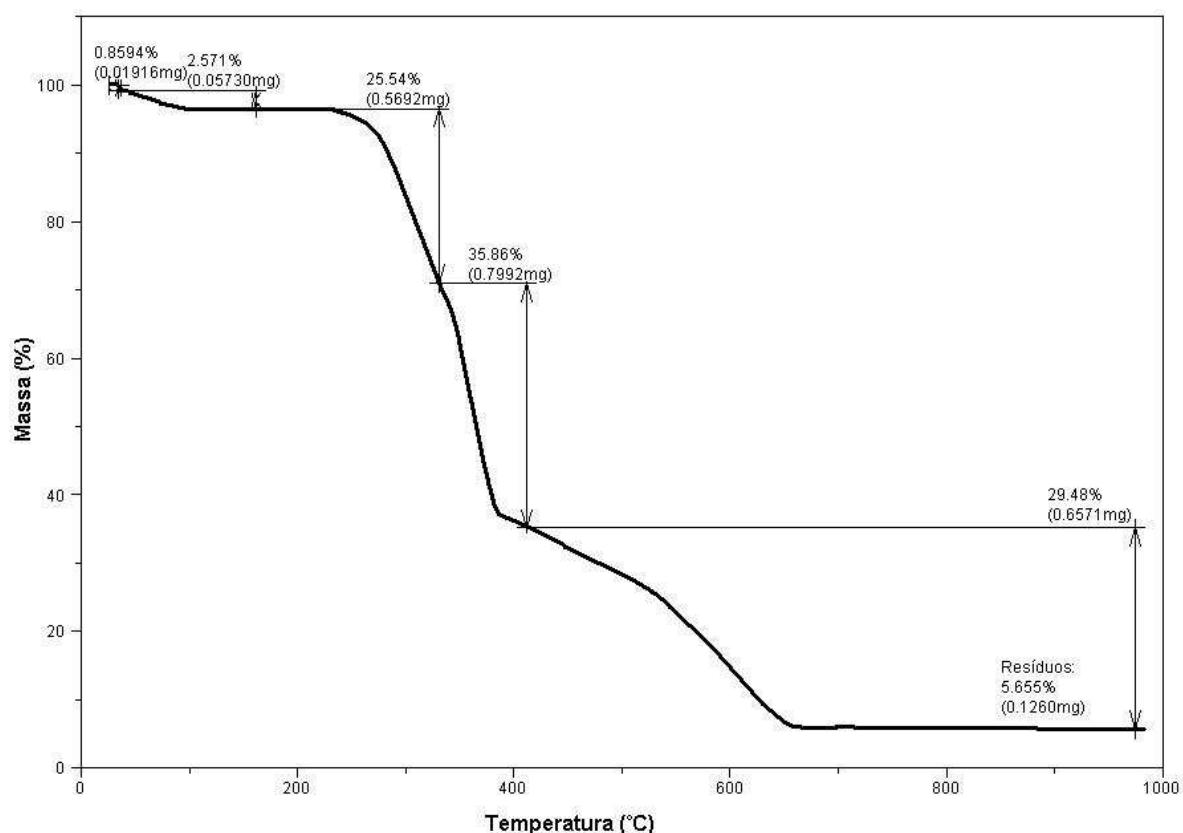


Figura 4.11 - Curva termogravimétrica para a fibra da semente do açaizeiro.

Assim como na curva termogravimétrica para o sisal, de trabalho publicado por Monhnacz et al.^[58], observa-se pelo menos três estágios de degradação em ambas as curvas. Após a remoção da umidade, o primeiro estágio está relacionado com a degradação superficial, pertinente à parede celular mais externa (com poucas microfibrilas de celulose em uma matriz mais volumosa de lignina e hemicelulose, basicamente^[59]). A decomposição do material celulósico (presente em maior parte^[59]) na curva do açaí se dá após os 350°C e na curva do sisal a partir dos 360°C.

Nas duas curvas termogravimétricas supramencionadas observa-se, além dos estágios final e inicial, uma subdivisão no intervalo entre os estágios extremos por uma variação

relativamente abrupta do coeficiente angular da curva, i.e. alteração da cinética de degradação. Contudo, Monhnacz et al., opus citatum, detectaram que as fibras de sisal submetidas a tratamento químico superficial apresentam maior resistência térmica, o que leva à suposição de que para as fibras de açaí, o tratamento, além da possibilidade real do aumento, contribuiria para uma melhor definição do comportamento termogravimétrico do material, visto que o tratamento químico removeria parcelas de material não-celulose. Todavia o presente trabalho não contemplou estudos pertinentes a tratamentos químicos precipuamente, nem de forma paralela ao objetivo principal desta pesquisa, por questões de praticidade e por não dispor de um tempo mais extenso e verba para pesquisas mais avançadas.

Pode-se observar ainda na Figura 4.11, que a maior parcela de material tem sua degradação iniciada com mais de 300°C, o que leva ao fato de que estas fibras de açaí apresentam razoável resistência térmica até a degradação total (cerca de 650°C), superior inclusive às de sisal obtidas por Monhnacz et al.^[58] (vide Anexo 1).

4.1.2.3 – Espectrometria de Infravermelho

O espectro obtido a partir da exposição das fibras de açaí à radiação infravermelha encontra-se apresentado na Figura 4.12. A presente análise foi idealizada para uma simples identificação de ligações químicas comuns aos materiais lignocelulósicos, e.g. celulose, hemicelulose e lignina.

Como comentado no Capítulo II, a celulose é composta por meros de anidro-glicose. Dentre os polímeros naturais amorfos presentes nas plantas terrestres, encontra-se a lignina, que é formada pela polimerização dos álcoois cumarílico, coniferílico e sinapílico, a variação da proporção resulta diferentes tipos de lignina. Também se encontra a hemicelulose (“meia celulose”), que é um polissacarídeo da parede celular primária e constituída de uma mistura de polímeros de hexoses, pentoses (com fórmulas gerais de C₅H₈O₄ e C₆H₁₀O₅) e ácidos urônicos^[23, 59].

A presença do reforço (celulose) e da matriz naturais (lignina, hemicelulose e pectina) no espécime ensaiado pode ser inferida a partir do estudo dos picos representados na Figura 4.12. Em função da vibração molecular da hidroxila (OH) do mero celulósico ocorrer inclusive com número de onda de 3.200 a 2.500 cm⁻¹, possivelmente o pico P₁ (2.862 cm⁻¹) atesta a presença da hidroxila da celulose. A banda de 1.760 a 1.710 cm⁻¹ (P₂) se refere à ligação C=O de ácidos carboxílicos (hemicelulose). A banda de 1.600 a 1450 cm⁻¹ (P₃, forte)

se refere à ligação C=C de aromáticos (lignina). A banda de 1.400 a 1.200 cm⁻¹, se refere à ligação C-O também de ácidos carboxílicos. Entretanto, nenhuma informação foi encontrada na literatura consultada^[60, 61, 62] para o número de onda referente ao pico P5 (1.014 cm⁻¹).

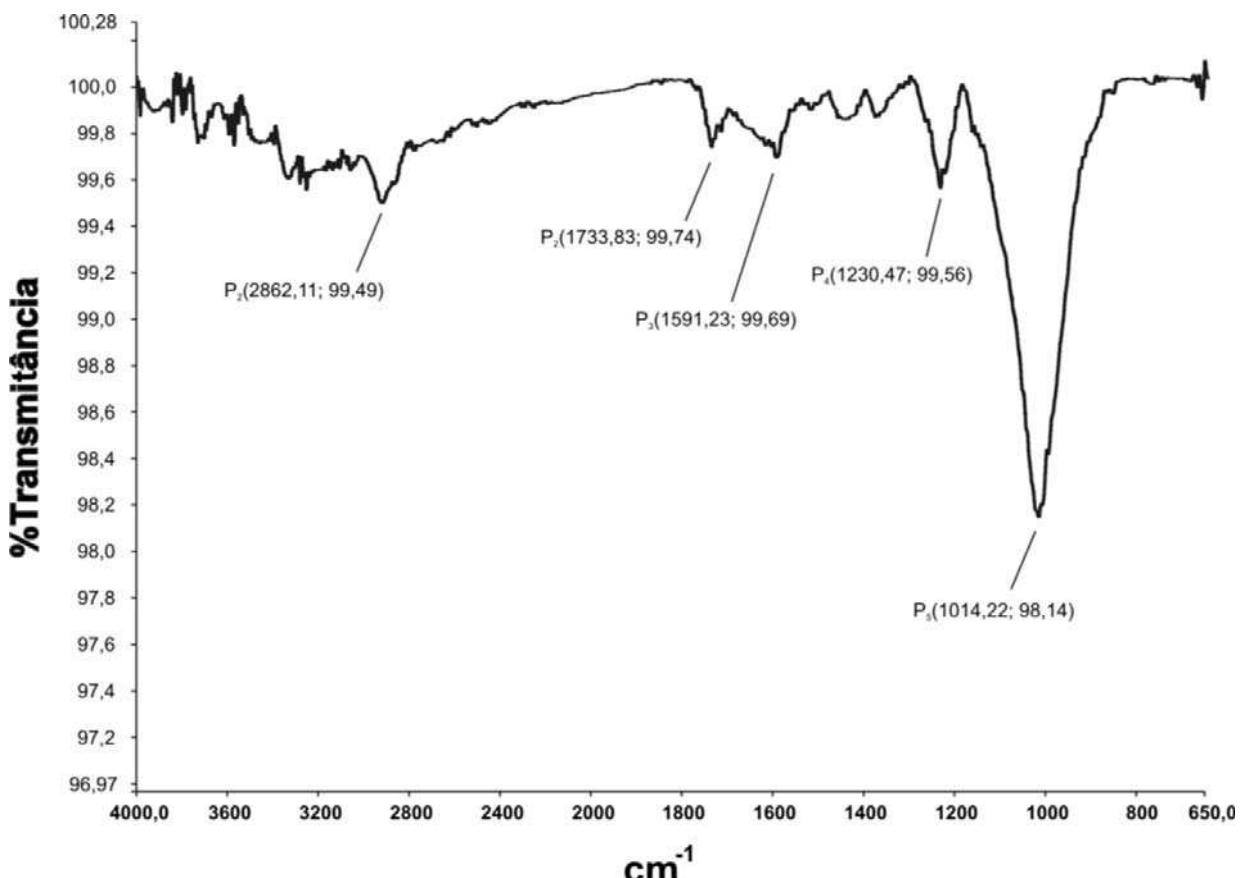


Figura 4.12 – Espectro de infravermelho das fibras da semente do açaí.

4.1.2.4 – Massa Específica

As três repetições do ensaio de imersão de 1 g de fibra em 15 mL de álcool etílico apontaram o mesmo deslocamento visual, com o menisco do nível do líquido imediatamente abaixo de 16,0 mL, na proveta com resolução de 0,5 mL, i.e. um deslocamento de aproximadamente 0,9 mL. Já para o caso da proveta com resolução de 0,1 mL, a quantidade de 0,5 g de fibra em 6,0 mL de álcool, também com o mesmo valor para as três repetições, resultou no deslocamento do nível de líquido para a linha intermediária entre as marcas de 6,4 e 6,5 mL, i.e. cerca de 0,45 mL. Tais valores se confirmam a partir da relação de 1 : 2 entre as resoluções das duas provetas utilizadas.

A partir do valor de deslocamento volumétrico de ambas provetas, idêntico em todas as três repetições de cada, foi então estimado que as fibras da semente do açaizeiro possuem uma massa específica levemente mais elevada que a da água, em torno de $1,11 \text{ g/cm}^3$ ($d = 1,11 \pm 0,05 \text{ g/cm}^3$).

4.1.2.5 – Dimensões Médias

As dimensões da seção transversal para as fibras de açaí, determinadas conforme descrito na seção 3.4.2, estão exemplificadas na Figura 4.13. Nesta figura, apresenta-se a imagem obtida no MEV (Figura 4.13-A), a apropriação em desenho vetorial (Figura 4.13-B), o cálculo das larguras maior “L” e menor “l” para a fibra (Figura 4.13-C), diâmetro de lume maior “D” e menor “d”, área da seção transversal para a fibra (Figura 4.13-E) e para o lume (Figura 4.13-F). Foram efetuadas 50 mensurações para cada dimensão da seção transversal.

Devido à proximidade do formato da seção transversal a uma elipse achatada, adotou-se a largura média da fibra, dada pela média das larguras maior “L” e menor “l” (Figura 4.13), por tal elipse deformada não ser passível de apropriação matemática. Esta adoção idealizou as dimensões virtuais de uma seção circular média para a fibra real.

A determinação do comprimento médio, também a partir do *software CAD*, está exemplificada na Figura 4.14, onde se vê à esquerda a imagem fotodigitalizada (escaneada) de fibras afixadas com cola em papel milimetrado (Figura 4.14-A) e a mesma, com as cores invertidas, apropriada vetorialmente com as medidas (Figura 4.14-B).

A Tabela 4.1 apresenta as dimensões médias da fibra de açaí, as amostragens e tratamentos estatísticos destas médias estão dispostos nos Apêndices A e B.

O comprimento médio das fibras da presente amostragem foi de 18,41 mm, variando de 11,17 a 25,27 mm. A classe de maior freqüência (24%) foi de 22,92 a 25,27 mm, com uma moda de 20,57 mm e mediana de 18,22 mm.

A classificação das fibras, tradicionalmente feita do ponto de vista papeleiro, denomina de “fibras muito longas” quando estas possuem comprimento médio entre 2 e 5 mm^[50]. O histograma da freqüência da classificação do comprimento da fibra de açaí (Figura 4.15) extrapola tais medidas para todas as classes da amostragem. Entretanto, na recente literatura de fibras vegetais abordadas como material de reforço para compósitos, a fibra de açaí se encontra na classe das fibras curtas. Concomitantemente, o intervalo de fibras curtas se aproxima do máximo considerado para produção de papel para a Ciência dos

Materiais, acordando com a Engenharia de Materiais, onde fibras que não atravessam toda uma direção do compósito são denominadas descontínuas (curtas) ^[13], conforme o tratado em 2.1.3.2.

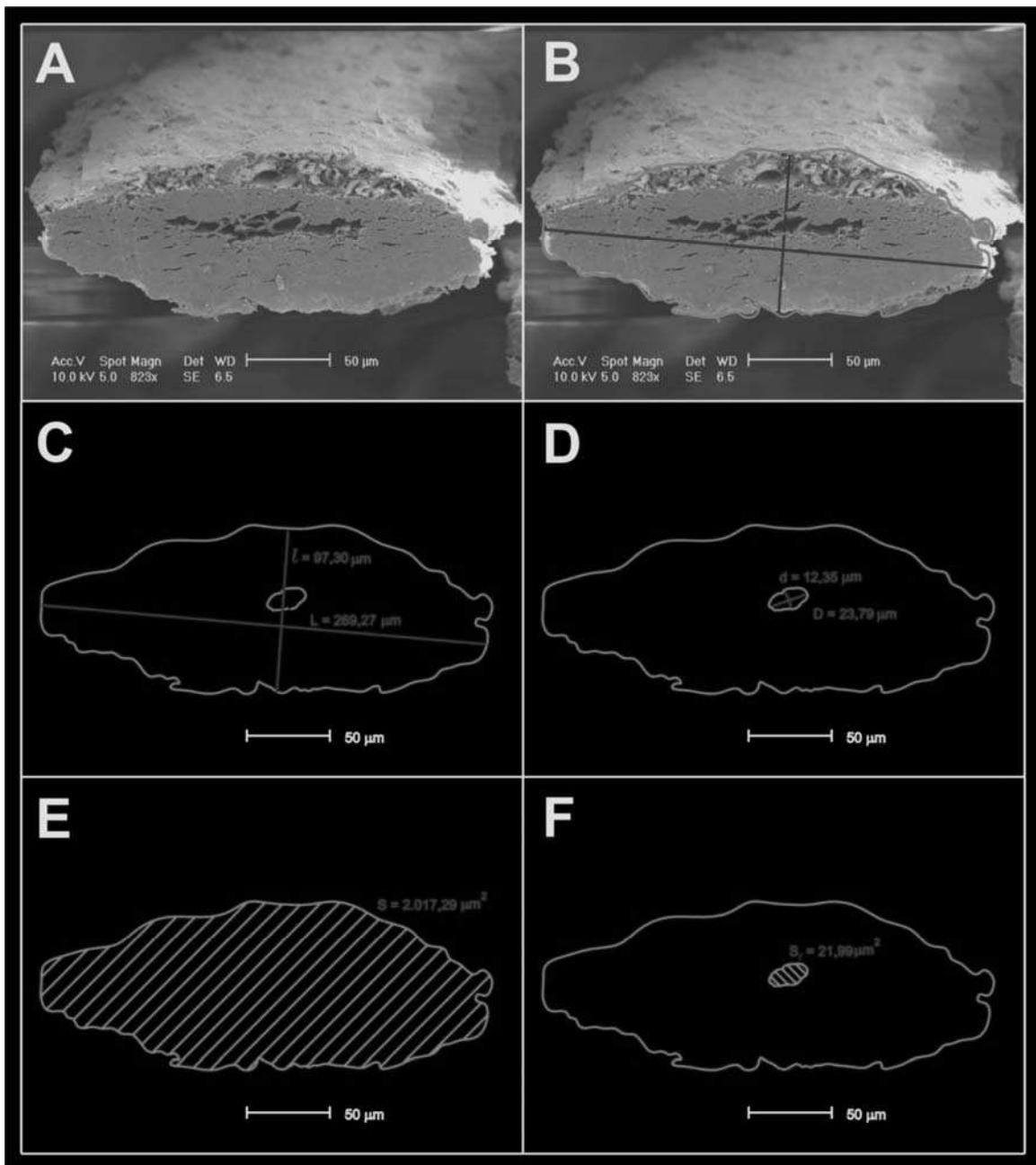


Figura 4.13 – Algumas dimensões possíveis determinadas com auxílio de *software CAD*. (A) Fibra real, (B) fibra virtual, (C) larguras médias da seção, (D) larguras médias do lume, (E) área da seção da fibra e (F) área da seção do lume.

A classificação tradicional, quanto à largura, visa correlacionar tal dimensão com a resistência ao arrebentamento. Entretanto, esta propriedade só é válida para produtos papeleiros, pois o comprimento das fibras é induzido a padrões ^[50]. Para o caso de compósitos

cimentícios, a largura não tem significado prático, a não ser sua relação às outras dimensões, caracterizando sua esbeltez. A largura média encontrada da fibra de açaí foi de 129,93 μm . A presente amostragem constatou uma largura mínima de 73,54 μm e máxima de 227,32 μm , sendo que a maior freqüência ocorreu entre 124,80 e 150,43 μm , com moda de 133,34 μm .

O diâmetro de lume também não tem significado prático, porém interessa para a determinação da espessura de parede, que é dada pela metade da diferença entre a largura da fibra e o diâmetro de lume, resultando no raio da seção transversal efetiva das microfibrilas de celulose. O diâmetro de lume e a espessura de parede para a fibra oriunda do açaizeiro nesta amostragem foram de 12,75 e 58,60 μm , respectivamente. Os outros valores encontrados foram: mínimos de 7,28 e 21,92 μm , máximos de 33,05 e 102,71 μm , moda de 12,65 e 60,14 μm e mediana de 12,54 e 150,43 μm , para o diâmetro de lume e a espessura de parede, respectivamente.

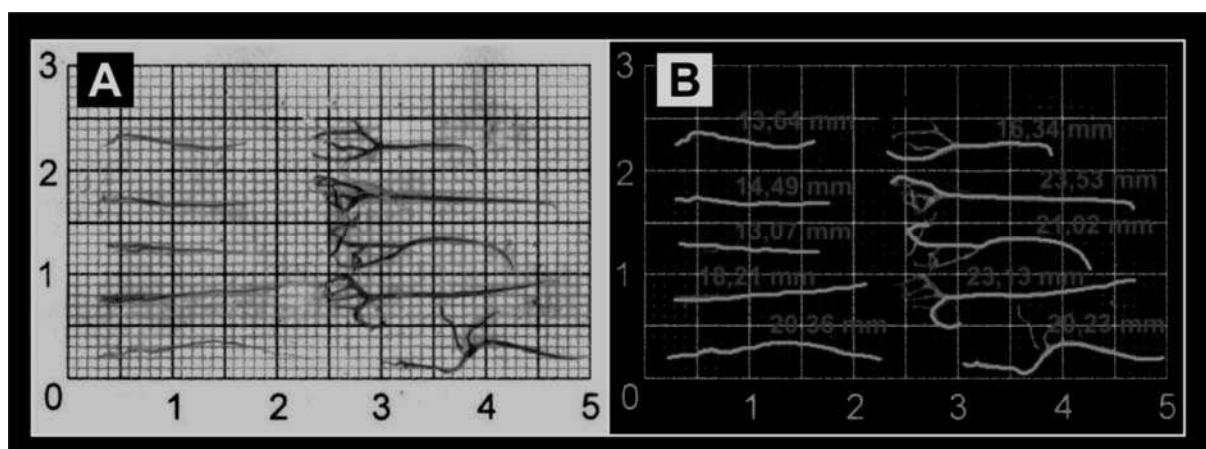


Figura 4.14 – Imagem escaneada das fibras no papel milimetrado e dimensões obtidas em *software CAD*.
(A) Fibras dispostas no papel milimetrado e (B) dimensões sobre o negativo da imagem.

Tabela 4.1 – Dimensões das fibras de açaí.

Dimensões	Média	Desvio padrão	Coeficiente de variação (%)
Comprimento (mm)	18,41	4,38	23,79
Largura (μm)	129,93	35,21	27,10
Diâmetro de lume (μm)	12,75	3,34	26,20
Espessura da parede (μm)	58,60	15,95	27,22

Os valores dos desvios padrão e dos coeficientes de variação obtidos, estão coerentes com resultados tidos como satisfatórios na literatura correlata às fibras vegetais abordadas como material de reforço de compósitos.

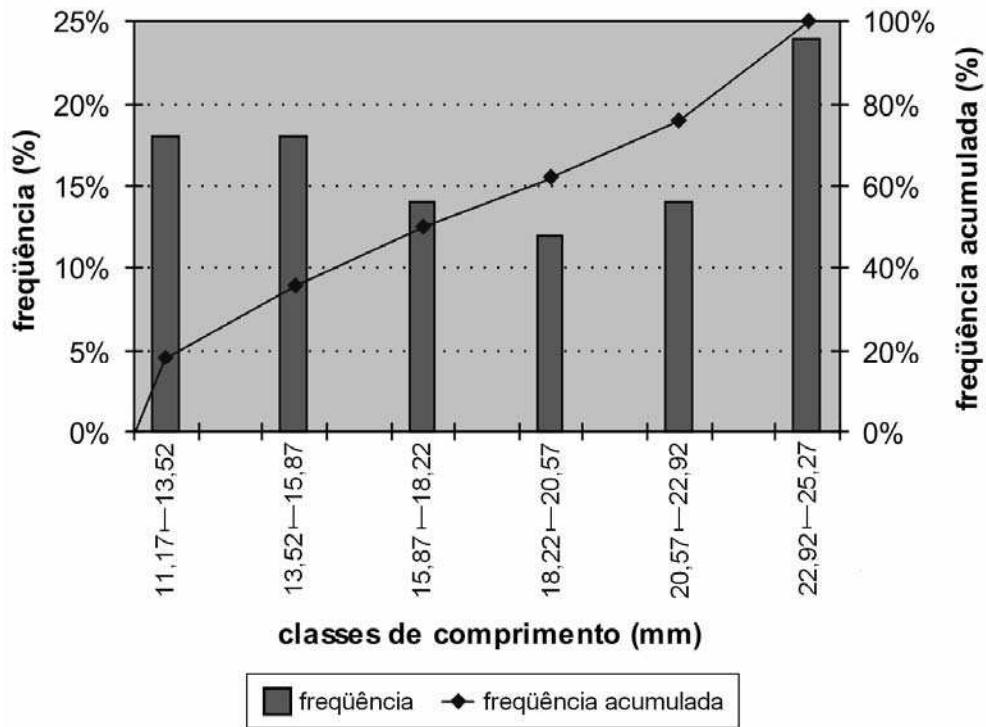


Figura 4.15 – Histograma da freqüência da classificação do comprimento da fibra de açaí.

4.1.2.6 – Coeficiente de Flexibilidade, Índice de *Runkel*, Índice de Enfeltramento e Fração Parede

Outros parâmetros relacionados às dimensões das fibras, normalizados e tradicionalmente determinados para as fibras utilizadas na produção papeleira, estão apresentados na Tabela 4.2.

Tabela 4.2 – Relações entre as dimensões da fibra de açaí.

Parâmetros	Média
Coeficiente de flexibilidade (CF)	9,81
Índice de Runkel (IR)	9,19
Índice de enfeltramento (IE)	141,69
Fração parede (FP)	90,20

Onde:

$$CF = (DL \div L) \times 100$$

$$IR = (2 \times E) \div DL$$

$$IE = (C \div L) \times 1000$$

$$FP = [(2 \times E) \div L] \times 100$$

Sendo:

C = Comprimento da fibra (mm);

L = Largura da fibra (μm);

E = Espessura da parede da fibra (μm); e

DL = Diâmetro do lume da fibra (μm).

Como fibras com frações de parede acima de 60 são consideradas muito rígidas, no caso da fibra de açaí com fração parede maior que 90%, esta é extremamente rígida. Este resultado é confirmado pelo seu baixo coeficiente de flexibilidade, menor que 10%.

O índice de Runkel é apropriado para características papeleiras, onde valores entre 0,25 e 0,50 (razões porcentuais) são considerados excelentes para a fabricação de papel, pois significa que quanto menor tal parâmetro, maior o potencial de ligação entre as fibras. Para os compósitos cimentícios, as fibras não necessitam se ligar entre si, portanto o elevado índice de Runkel das fibras de açaí (que extrapola cerca de 9 vezes a unidade) atesta tal propriedade deste reforço.

Pode-se citar ainda o alto índice de enfilramento, que deve ser observado quando da dispersão do material na fase de mistura, o que justifica a opção da substituição da ordem de adição de fibras à mistura definida na seção 3.2.2.1 pela da seção 3.2.2.2.

4.2 – Propriedades dos Compósitos

4.2.1 – Propriedades Físicas

4.2.1.1 – Massa Específica, Porosidade Aparente e Absorção de Água

As Tabelas 4.3 e 4.4 apresentam as médias, de três corpos-de-prova para cada traço, das propriedades físicas dos compósitos produzidos na primeira e na segunda etapa deste trabalho, juntamente com os respectivos desvios padrão (dp). Deve-se atentar para o fato de que os resultados da Tabela 4.3 foram obtidos a partir de corpos-de-prova prismáticos e os da

Tabela 4.4 a partir de cilíndricos, por isso a grande diferença nos valores das massas. Os resultados individuais para ambas as bateladas são apresentados no Apêndice C.

Tabela 4.3 – Massa Específica, Porosidade Aparente e Absorção de Água da Primeira Batelada de Compósitos.

Mistura <i>Corpo-de-prova</i>	Massa Seca (g)	<i>dp</i>	Massa Saturada (g)	<i>dp</i>	Massa Imersa (g)	<i>dp</i>	Absorção De Água (%)	<i>dp</i>	Porosidade Aparente (%)	<i>dp</i>	Massa Específica (g/cm ³)	<i>dp</i>
01ARG (0% de fibras)	837,48	2,97	921,66	1,40	496,67	0,50	10,05	0,20	19,81	0,42	1,97	0,00
02MIN (0,3 % de fibras)	803,33	1,79	913,83	1,56	485,17	1,04	13,76	0,14	25,78	0,22	1,87	0,00
03MAX (0,6 % de fibras)	831,83	5,88	934,00	3,35	500,50	2,05	12,29	0,76	23,57	1,29	1,92	0,00

Tabela 4.4 – Massa Específica, Porosidade Aparente e Absorção de Água da Segunda Batelada de Compósitos.

Mistura <i>Corpo-de-prova</i>	Massa Seca (g)	<i>dp</i>	Massa Saturada (g)	<i>dp</i>	Massa Imersa (g)	<i>dp</i>	Absorção De Água (%)	<i>dp</i>	Porosidade Aparente (%)	<i>dp</i>	Massa Específica (g/cm ³)	<i>dp</i>
T100F (0% de fibras)	387,68	0,57	408,25	0,69	212,00	0,69	5,31	0,10	10,48	0,00	1,98	0,00
T203F (0,3 % de fibras)	388,54	1,46	407,24	1,22	211,00	1,21	4,81	0,10	9,53	0,20	1,98	0,00
T304F (0,4 % de fibras)	337,70	0,99	405,87	1,34	209,62	1,34	20,19	0,10	34,74	0,17	1,72	0,00
T405F (0,5 % de fibras)	336,05	0,69	404,77	2,04	208,52	2,04	20,45	0,39	35,01	0,62	1,71	0,10

A partir dos dados obtidos e expostos para a Primeira Batelada (Tabela 4.3) percebe-se uma provável redução de *massa seca* dos traços de 0% para 0,3%. Que se poderia especular que reduziria mais para maior teor de fibra, hipótese descartada pelo traço de 0,6%, que, porém, apresenta relativo alto desvio padrão deste. Já para o caso da Segunda Batelada (Tabela 4.4) a redução de massa é factível nos intervalos das médias dos corpos-de-prova de 0 a 0,3% para os de 0,4 a 0,5% e seus desvios padrão são relativamente mais proporcionais que os dos dados da Primeira.

Para os valores de *massa saturada* percebe-se exatamente o mesmo do observado para *seca*. Com uma redução na Primeira Batelada dos espécimes com fibras de 0 para 0,3%, seguida de aumento de massa para 0,6%, inclusive com similaridades e hipóteses retro observadas quanto ao relativo alto desvio padrão para o traço com máximo teor de fibra (03MAX). E para a Segunda há, identicamente, redução linear nos intervalos de 0 a 0,3% para 0,4 a 0,5%.

Repetem-se para *massa imersa* as mesmas ocorrências de *seca* e *saturada*, com os mesmos comportamentos e observações anteriores.

Já para os valores de *absorção de água* pode-se especular um provável aumento desta propriedade em função de maiores teores de fibra. Na Primeira Batelada este aumento ocorre de 0% (01ARG) para o teor mínimo de 0,3% (02MIN), seguido de redução para o máximo de 0,6% (03MAX). Mas este decréscimo é apropriado de valores obtidos muito próximos, considerando-se seus desvios padrão. Já no caso da Segunda Batelada, pode-se cogitar os mesmos comportamentos de aumento de *absorção de água* da Primeira, em função do aumento do teor de fibra, entretanto os valores próximos estão dispostos para a referência (T100F) e para o traço com menos fibra (T0203F).

Para os valores de *porosidade aparente* das Primeira e Segunda Bateladas repetem-se as mesmas ocorrências de *absorção de água* de ambas as etapas, com os mesmos comportamentos dos quatro traços. Aumentando-se o teor de fibra, aumenta-se a *absorção de água* dos compósitos, com as mesmas observações da porosidade.

Nota-se também que as *massas específicas* das referências nos dois casos são muito próximas. Todavia, para os compósitos da Segunda Etapa de produção, percebe-se que a *massa específica* para a referência (T100F) e o espécime com menor teor de fibra (T103F, 0,3%) foi idêntica, diferentemente da Primeira Batelada para estes traços (no caso 01ARG, 0%; e 02MIN, 0,3%). Muito provavelmente nos corpos-de-prova da Primeira esses valores são diferentes em função da relativa alta porosidade, reduzida para quase metade na Segunda, que incorreu num corpo mais adensado. Por isso, pode-se supor que neste último caso, i.e. para um material mais consistente, o teor de fibras reduzido não influencia de forma significativa na *massa específica* do compósito cimentício.

A análise dos valores de *absorção de água* e de *porosidade aparente* também deixa claro que houve redução significativa, de praticamente 50% para o caso das referências e dos traços com teor de fibras de 0,3% em ambas as bateladas.

A partir das observações supra, supõe-se que o aumento do teor de fibras incorre no aumento da *absorção de água* e da *porosidade aparente* e a diminuição da *massa específica*. Teoricamente estes efeitos são relacionados à menor massa específica da fibra e do aumento da porosidade decorrente do acréscimo de fibras à mistura.

4.2.2 – Propriedades Mecânicas

4.2.2.1 – Resistência à Compressão Simples

A resistência à compressão axial média, estatística, para cada mistura produzida está apresentada na Tabela 4.5 para os compósitos da Primeira Batelada. Os valores individuais dos resultados dos ensaios encontram-se nos Anexos 2, 3, 4, 5, 6 e 7.

Tabela 4.5 – Resistência à Compressão Axial da Primeira Batelada de compósitos.

Mistura <i>Corpo-de-prova</i>	Carga de Ruptura (kgf)		Resistência à Compressão (MPa)	
	7 dias	28 dias	7 dias	28 dias
01ARG (0% de fibras)	11.889	12.430	59,37	62,08
02MIN (0,3 % de fibras)	10.595	12.246	52,89	61,16
03MAX (0,6 % de fibras)	9.883	11.423	49,36	57,05

A partir dos resultados de resistência à compressão da Tabela 4.5, da referência (01ARG) e das mistura com 0,3% de fibras (02MIN) e com 0,6% (03MAX), pode-se verificar uma pequena redução da tensão limite de compressão dos compósitos com o reforço, tanto nos corpos-de-prova rompidos aos sete dias como nos aos vinte e oito dias.

Pode-se observar que a redução na resistência à compressão é um pouco maior quando do aumento de teor de fibra. Todavia, em se tratando de fibrocimento, tais reduções não são significativas a ponto de comprometerem o desempenho precípua deste tipo de material.

A resistência à compressão ^[53, 54] obtida para os compósitos produzidos na segunda etapa deste trabalho está apresentada na Tabela 4.6, o relatório gerado pelo equipamento de ensaio encontra-se nos Anexos 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14 e 15.

Observou-se também uma tendência similar à obtida com a Primeira Batelada de corpos-de-prova (Tabela 4.5), ou seja, uma redução na resistência à compressão para as misturas com 0,3% de fibras (Traço 2 - 03F), 0,4% (Traço 3 - 04F) e 0,5% (Traço 5 - 05F) com 28 dias, em relação à referência (Traço 1 - 00F) sem fibras, aos vinte e oito dias de idade. Entretanto, tal comportamento de redução não ocorreu nos corpos-de-prova ensaiados aos sete dias de idade. Todavia, pode-se especular que nessa idade os materiais fibrocimentícios ainda experimentavam o processo de cura incipiente. Salienta-se que o desvio padrão nos valores da carga de ruptura determinada experimentalmente foi relativamente grande em função da não

uniformidade de dispersão das fibras na matriz em função do processo de produção dos compósitos ser manual, o que pode explicar o fato que os valores da resistência à compressão para os corpos-de-prova aos vinte e oito dias de idade terem apresentado resistência à compressão inferior aos sete dias.

Tabela 4.6 – Resistência à Compressão Axial da Segunda Batelada de compósitos.

Mistura <i>Corpo-de-prova</i>	Carga de Ruptura (kgf)		Resistência à Compressão (MPa)	
	7 dias	28 dias	7 dias	28 dias
T100F (0% de fibras)	10.242	9.949	51,15	49,69
T203F (0,2 % de fibras)	8.349	10.200	41,70	50,94
T304F (0,3 % de fibras)	8.694	6.246	43,42	31,19
T405F (0,4 % de fibras)	8.769	5.042	43,79	25,18

De acordo com os dados apresentados nas tabelas anteriores, as misturas 02MIN e T203F, ambas com 0,3% de fibras de açaí, apresentaram melhor desempenho à compressão simples. Este fato é de grande valia para a análise da viabilização da utilização destas fibras como reforço de matrizes cimentícias, pois a inclusão de qualquer material em cimentos que desempenham resistência à compressão com excelência geralmente causa uma redução da resistência à compressão deste material. Como a resistência à tração é a propriedade mecânica mais importante para compósitos cimentícios reforçados com fibras, será tratada em separado na seção 4.2.2.2.

Em relação às amostras de referência da primeira (01ARG) e da Segunda Batelada (T100F), há uma diferença de cerca de 10 MPa na resistência que provavelmente se deve ao fato da diferença do cimento Portland empregado em cada batelada (CP-IV e CP-II-Z, respectivamente) e ao processo de produção manual.

A Figura 4.16-A mostra os corpos-de-prova dos três traços da Primeira Batelada, misturas 01ARG, 02MIN e 03MAX (teores de 0%, 0,3% e 0,6% nesta ordem) após o rompimento em compressão simples aos sete dias e 4.16-B que ilustra o desempenho das fibras nas regiões próximas às fissuras. Os espécimes sem fibra (01ARG) romperam-se, em vários pedaços, de forma abrupta. As amostras com reforço de fibra de açaí mantiveram-se menos fragmentadas após o ensaio, devido à presença de fibras que formam pontes unindo seções de matriz, minimizando o desempenho quebradiço frágil nas regiões imediatas às

fissuras. Na Figura 4.16-B tem-se o detalhe desse desempenho atribuído às fibras do corpo-de-prova 3 da mistura 02MIN.

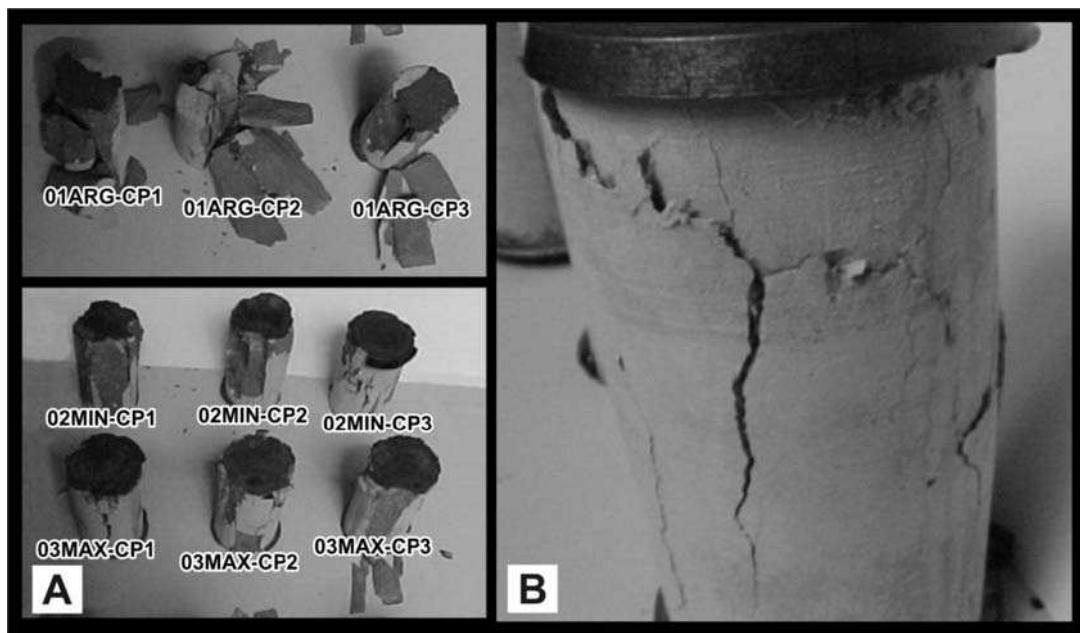


Figura 4.16 – Corpos-de-prova Rompidos em Compressão (A) e Detalhe do Desempenho das Fibras de 02MIN-CP3 (B).

4.2.2.2 – Resistência à Tração na Flexão

A resistência à tração na flexão (NBR 12142/1991)^[56] média para os diferentes tipos de compósitos produzidos na Primeira Batelada do presente trabalho, está apresentada na Tabela 4.7. Valores individuais obtidos neste ensaio encontram-se no Anexo 16.

Observa-se de acordo com os dados da Tabela 4.7 que houve incremento da resistência à tração apenas para o caso da mistura com 0,6% de fibras (03MAX). Todavia os valores de resistência à tração muito próximos e desvios padrões muito altos impossibilitam uma análise clara, pois nota-se que para o teor mínimo de fibras de 0,3% (02MIN) há redução dessa resistência em relação à referência (01ARG) sem fibras, afastando-se de uma linearidade para se abstrair graficamente. Em suma, os dados obtidos neste ensaio são insuficientes para se especular sobre o comportamento de resistência à tração na flexão (NBR 12142 e ASTM C293/1994) dos compósitos. Conforme descrito em 3.2.2.1 não foram efetuados rompimentos deste ensaio aos 28 dias de idade dos corpos-de-prova produzidos.

Tabela 4.7 – Resistência à Tração na Flexão aos 7 dias de Idade.

Mistura <i>Corpo-de-prova</i>	Dimensões			Resistência À Tração (MPa)
	Base (mm)	Altura (mm)	Comprimento (mm)	
01ARG (0% de fibras)	50	51	170	5,74
02MIN (0,3 % de fibras)	50	51	170	5,15
03MAX (0,6 % de fibras)	50	51	170	5,82

4.2.2.3 – Resistência à Tração por Compressão Diametral

A Tabela 4.8 apresenta as resistências à tração por compressão diametral (NBR 7222/1994)^[57] médias para cada uma das misturas produzidas na segunda etapa deste trabalho. Os valores individuais encontram-se nos Anexos 17, 18, 19, 20, 21, 22, 23 e 24.

Tabela 4.8 – Resistência à Tração por Compressão Diametral.

Mistura <i>Corpo-de-prova</i>	Dimensões		Carga de Ruptura (kgf)		Resistência à Tração (MPa)	
	Diâmetro (mm)	Altura (mm)	7 dias	28 dias	7 dias	28 dias
T100F (0% de fibras)	50	100	2.212	2027	28,18	25,82
T203F (0,3 % de fibras)	50	100	2.683	2317	34,17	29,52
T304F (0,4 % de fibras)	50	100	2.356	2300	30,01	29,30
T405F (0,5 % de fibras)	50	100	2.523	2212	32,14	28,18

Para todos os compósitos com fibra de açaí atesta-se um importante aumento da resistência à tração. Sendo que, em relação à referência, com valores menores para os quatro traços T1, T3, T4 e T5 e o maior valor para o caso do Traço 2 (T203F, com teor de 0,3% de fibra). Logo, pode-se supor que o emprego da fibra da semente do açaizeiro como reforço de compósitos cimentícios incrementa o desempenho mecânico destes materiais quanto à resistência à tração, o que viabiliza o uso desse reforço vegetal de fibrocimentos.

A Figura 4.17 mostra em (A) o corpo-de-prova CP3 do traço da mistura T203F imediatamente após o ensaio e em (B) os CP1 à esquerda e CP3 à direita, estes do traço T405F.

Fazem-se necessárias algumas observações quanto aos resultados dos ensaios mecânicos de forma geral. Houve certa discrepância entre as cargas de ruptura dos três corpos-de-prova (amostras 1, 2 e 3) das várias misturas produzidas, impossibilitando uma análise quantitativa, por não se ter obtido uma linearidade comportamental dos espécimes ensaiados. Em função de se ter alcançado desvios padrão relativamente elevados e muito variáveis, a acurácia dos dados ficou parcialmente comprometida. Tal fato está provavelmente associado com as condições de produção manual, da pequena amostragem, do não conhecimento prévio das fibras de açaí como reforço e do comportamento destas na hidratação do cimento Portland, entre outros. Além disso, foi identificada a ocorrência de uma patologia (coloração cinzenta mais clara que o restante da matriz) em algumas amostras da segunda etapa de ensaios, que foi detectada visualmente conforme o evidenciado na Figura 4.18, que mostra o corpo-de-prova CP2 do traço 3 T304F (teor de 0,4%) sem a ocorrência (Figura 4.18-A) e o CP1, do traço 2 T203F (com 0,3% de fibra), com a ocorrência (Figura 4.18-B).

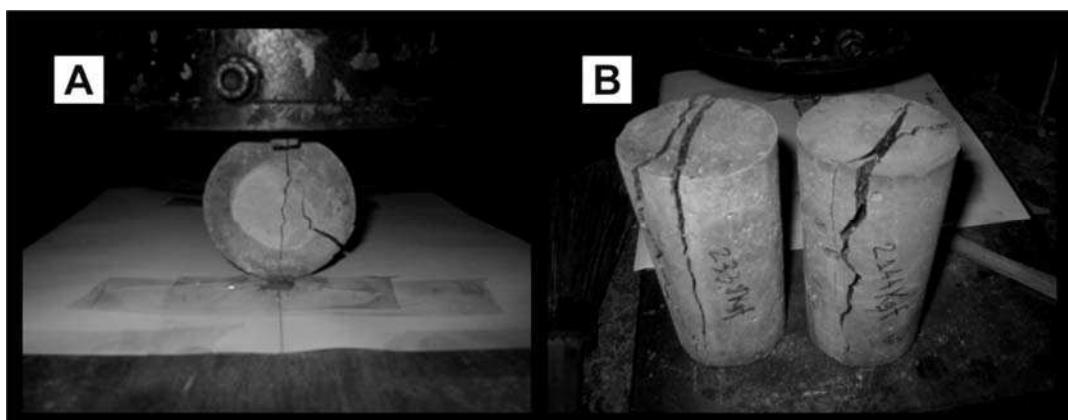


Figura 4.17 – Corpos-de-prova Rompidos no Ensaio de Tração por Compressão Diametral aos 28 dias; (A) na prensa e (B) dispostos fora do equipamento.

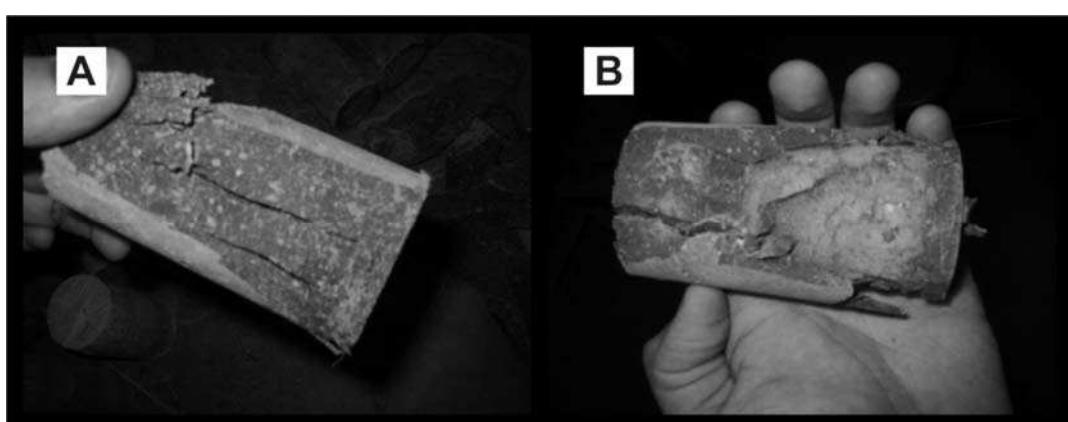


Figura 4.18 – Fotografias do (A) CP2-T304F sem a patologia observada e do (B) CP2-T203F com o referido defeito.

A ocorrência da patologia evidenciada na Figura 4.18 pode ter sido em função de uma eventual baixa hidratação do cimento Portland, pois a escolha de uma relação água/cimento (0,28) foi muito próxima à mínima necessária para a hidratação do material cimentício, que é agravada pela capacidade de absorção de água por parte deste material vegetal desidratado. Isto provavelmente interferiu na qualidade dos resultados obtidos pela consequente baixa hidratação do material aglomerante do compósito (cimento Portland), visto que a resistência da matriz (pasta) é o principal fator responsável pela resistência do material final, seguida da zona de transição.

Em função do aspecto visual característico do cimento Portland quanto à não hidratação ideal, muito provavelmente o material compósito produzido para os corpos-de-prova que apresentaram tal patologia possuem defeito devido à falta de hidratação, que pode ter sido provocada na produção (absorção de água pelas fibras) ou mesmo pela possível ocorrência do fenômeno da eflorescência, que consiste na perda de moléculas de água quando a pressão parcial de vapor d'água da atmosfera é menor que a própria pressão de vapor do material. É válido salientar que a umidade relativa do ar no Trópico Úmido – na segunda etapa em Belém –, é muito elevada durante todo o ano. Aproximadamente no intervalo médio de 80% a 90% e com várias extrapolações ao longo do ano muito próximas de 100%. A hidrólise de produtos contendo cálcio, na eflorescência, ocorre na pasta de cimento Portland a partir de três fatores *sine quibus non*: água, sais solúveis e pressões hidrostáticas; que incorrem em produtos lixiviados que interagem com o dióxido de carbono (CO_2) presente na atmosfera, resultando na precipitação de carbonato de cálcio, que causa coloração esbranquiçada ao material e característica perda de resistência. Salienta-se ainda que, muito provavelmente em função da pouca água de hidratação (baixa relação a/c) a água presente na atmosfera (umidade elevada), por evaporação no material, pode ter tido influência significativa no período da secagem incipiente dos corpos-de-prova.

Outra observação se faz necessária, normalmente materiais baseados em cimento Portland tem sua resistência mecânica acrescida naturalmente ao longo do tempo, inclusive as normas de ensaios mecânicos de materiais de construção baseados em cimento Portland comum definem ensaios para idades de 1, 3, 7, 28, 60 e 90 dias, pelo incremento da resistência ao longo do tempo, estabilizando-se por volta de 90 dias de idade. Enquanto, os espécimes ensaiados na Primeira Etapa deste trabalho tiveram o comportamento normal de aumento de resistência da menor para a maior idade ensaiada, nos corpos-de-prova ensaiados na Segunda Etapa, todas as resistências sofreram redução de valores, das idades de 7 para 28 dias. Além das diferentes condições de produção (cimentos Portland distintos, diferenças

climáticas e regionais, e diferentes bateleiros), ocorreu que na Segunda Batelada se realizou o tratamento químico de cozimento das fibras para remoção parcial de material extra-cellulosicos. E isto – a priori realizado para diminuir o teor de material passivo de ataque alcalino da matriz cimentícia (alguns extractivos) e assim melhorar o desempenho estrutural do compósito – pode ter reduzido a resistência das amostras produzidas ao longo do tempo. Agindo de forma inversa, o cozimento das fibras pode ter induzido de forma negativa uma exposição do material celulósico da fibra ao ataque alcalino do cimento Portland, ou alterado sua absorção em relação às fibras não tratadas.

Também, observou-se a presença de mais porosidades aparentes dos compósitos produzidos na Segunda Batelada, em relação aos da Primeira, estes últimos que tiveram o incremento normal da resistência ao longo do tempo. O aumento da porosidade traz como consequência natural o progressivo enfraquecimento da matriz, haja vista que num sólido há uma relação inversa entre porosidade e resistência.

Outra possibilidade de explicação da redução em referência pode ser apropriada a partir da patologia observada na Segunda Batelada, podendo ter ocorrido de forma idêntica, baixa hidratação, em todo o material (corpo-de-prova), em menores proporções que as colorações limítrofes mais evidentes. Nota-se a partir da Figura 4.18-A colorações esbranquiçadas puntiformes ao longo de todo o corpo-de-prova, inicialmente retro concebido como sem a patologia exposta na Figura 4.18-B. Podendo-se supor, a partir de uma análise mais minuciosa, que de fato a patologia ocorre em todo o material de forma menos evidente e dispersa, contribuindo para a perda de resistência do cimento, que teve ainda corpos-de-prova ensaiados à idades iniciais (7 e 28 dias), ainda na cura incipiente.

4.2.3 – Propriedades Microestruturais

Para fins ilustrativos apresenta-se a seguir, nas Figuras 4.19 e 4.20, imagens obtidas no MEV da microestrutura típica de fratura por flexão dos compósitos obtidos na Primeira Batelada.

Pode-se observar que a interação da fibra com a matriz cimentícia em algumas regiões foi satisfatória e em outras pobre, predominando a primeira.

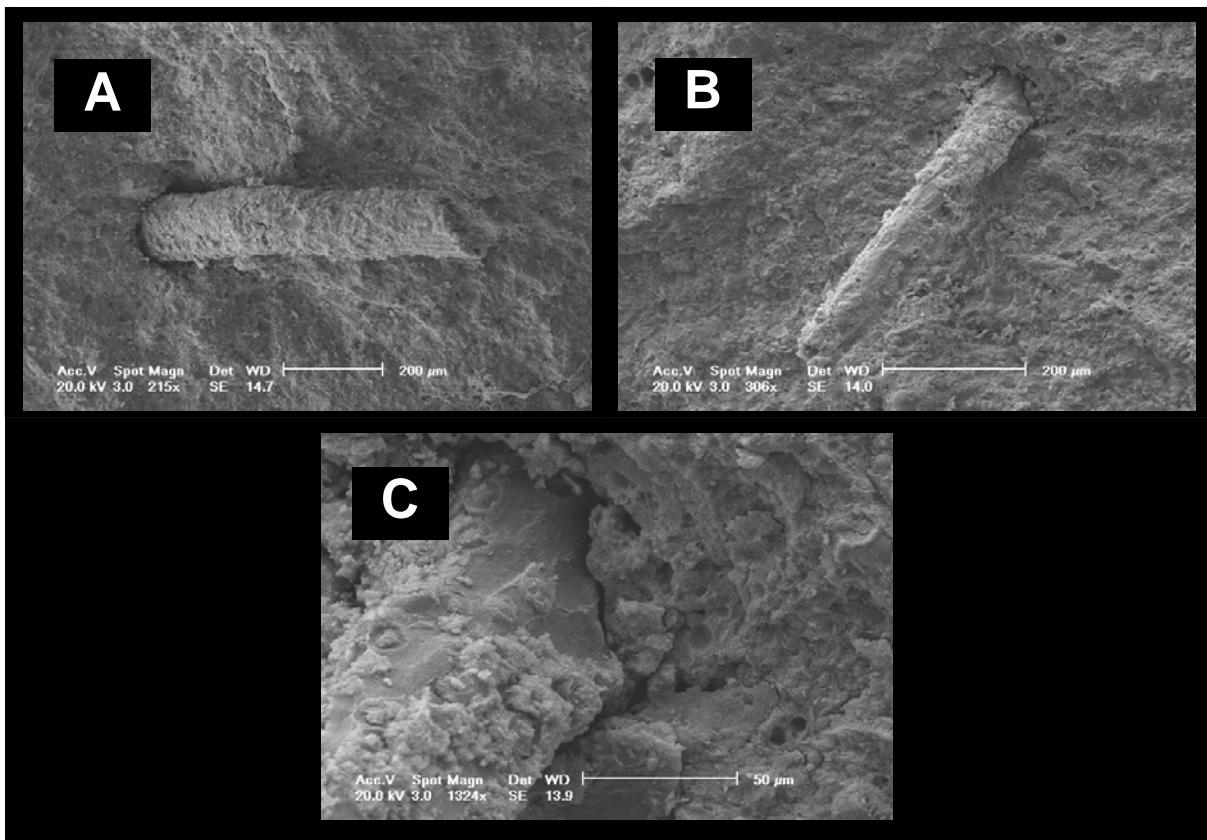


Figura 4.19 – Microestrutura da fratura dos compósitos evidenciando fibras alinhadas verticalmente.

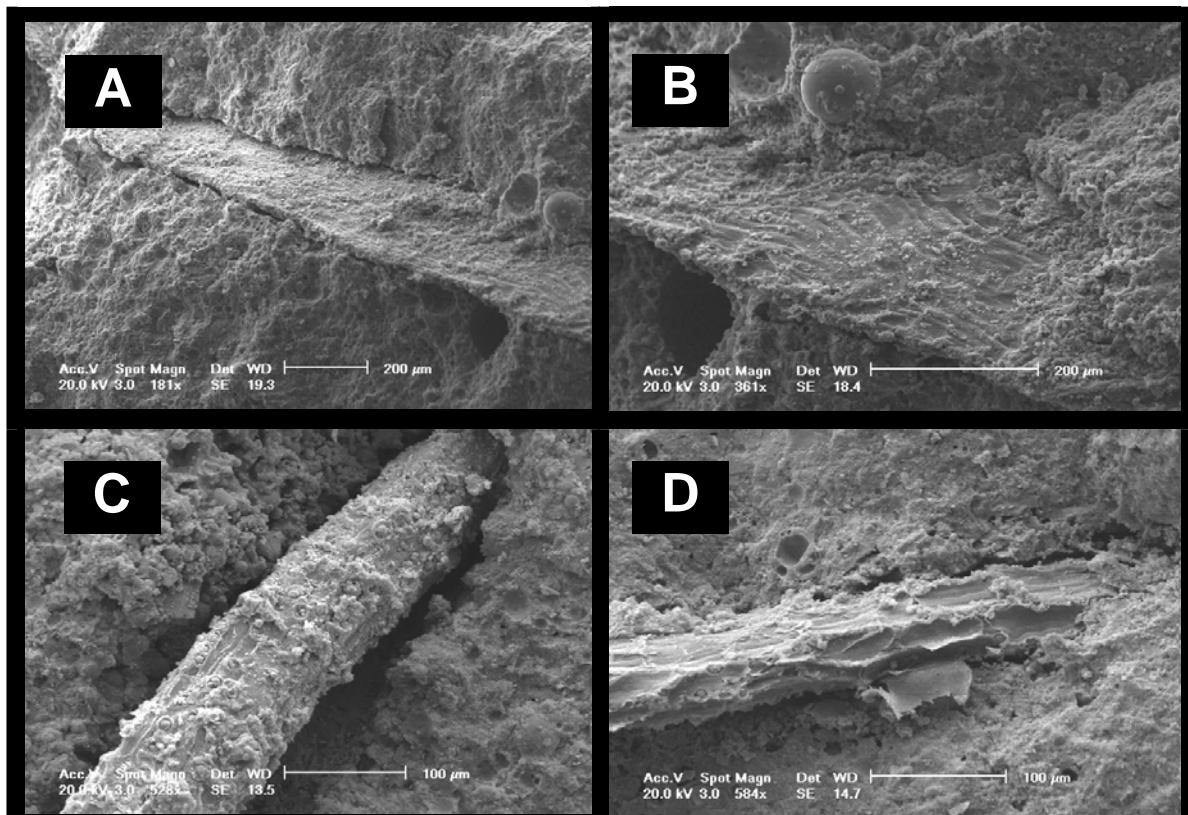


Figura 4.20 – Microestrutura da fratura dos compósitos evidenciando fibras alinhadas no sentido horizontal.

V – CONCLUSÕES

Foi caracterizada a fibra de açaí e demonstrado o seu potencial emprego como reforço de fibrocimentos a partir da análise dos resultados apresentados, podendo-se concluir que:

- a fibra de açaí é um material lignocelulósico fibroso de formato elíptico com espessura e comprimento médios de 130 µm e 18 mm, respectivamente. É de baixa alcalinidade e a decomposição do material celulósico presente em maior parte se dá após os 350°C e a degradação total se dá a cerca de 650°C. As fibras da semente do açaizeiro possuem uma massa específica levemente mais elevada que a da água, em torno de 1,11 g/cm³. Outros parâmetros relacionados às dimensões das fibras tais como coeficiente de flexibilidade, índice de *Runkel*, índice de enfeltramento e fração parede, normalmente determinados para as fibras utilizadas na produção papeleira, também foram calculados. A fibra de açaí apresenta fração parede maior que 90% o que pode ser considerado que esta é extremamente rígida. Este resultado é confirmado pelo seu baixo coeficiente de flexibilidade, menor que 10%. O índice de *Runkel* encontrado foi de 919, o que indica baixo potencial de ligação entre as fibras. Para os compósitos cimentícios, as fibras não necessitam se ligar entre si, como para o caso da fabricação de papel, assim o elevado índice de *Runkel* das fibras de açaí não prejudica o desempenho deste material como reforço da matriz cimentícia. A fibra de açaí apresenta alto índice de enfeltramento, fato que deve ser observado quando da dispersão das mesmas na fabricação de materiais compósitos.
- os compósitos cimentícios reforçados com esta fibra não apresentam perda significativa de resistência à compressão. Contudo, as fibras incrementam de forma satisfatória a resistência à tração (aproximadamente 13% em média) de fibrocimentos produzidos com este reforço. O reforço proposto apresentou um bom desempenho de adesão com a matriz e consequente

comportamento pós-fissura inerente aos fibrocimentos, reforçando a região adjacente à fratura. Os compósitos que apresentam melhores propriedades mecânicas foram os com fibra *in natura* e com teor de fibra de 0,3%. Com o aumento do teor de fibras ocorre um aumento da absorção de água e da porosidade aparente e a diminuição da massa específica.

VI – SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Alguns pontos importantes para a otimização do desempenho de compósitos fibrocimentícios reforçados com fibra de açaí podem ser analisados a partir de trabalhos complementares, que são sugeridos a seguir:

- executar novamente os ensaios mecânicos com uma maior amostragem por mistura, de pelo menos cinco corpos-de-prova para cada traço, a fim de reduzir o desvio padrão;
- avaliar a importância do pré-tratamento, com processos de tratamento superficial e polpação celulósica conhecidos;
- repetir os ensaios com os melhores traços com referência de pasta cimentícia e traço já estudado de reforço de polipropileno comercial (fibra sintética mais utilizada em telhas de fibrocimento comerciais livre de amianto);
- experimentar misturas com faixa de teores de fibras naturais mais elevados, para determinação do máximo desempenho mecânico que pode ser obtido;
- produzir compósitos efetivamente esbeltos, em forma de chapas a partir de processos adaptados de Hatschek;
- ensaiar chapas com espessuras comerciais de telhas e painéis de vedação de fibrocimento quanto à estanqueidade e isolamento termo-acústico;

- verificar a performance quanto à abrasão e envelhecimento acelerado de compósitos produzidos em forma de telhas onduladas e painéis de vedação.

VII – REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] SCHUH, Thomas G. **Renewable Materials for Automotive Applications.** Daimler-Chrysler AG. Stuttgart, Alemanha, 1997.
Disponível em: <http://www.ienica.net/fibresseminar/schuh.pdf> (Capturado em 18 de Março de 2005).
- [2] POEMA – Programa Pobreza e Meio Ambiente na Amazônia. **Website Ofcial.** NUMA, UFPA – Universidade Federal do Pará, Março de 2005.
Disponível em: <http://www.ufpa.br/poema> e <http://www.poema.org.br> (Capturado em 02 de Abril de 2005).
- [3] PICHA, David H. **Guyana Economic Opportunities.** Chemonics International Inc. United States Agency for International Development. Georgetown, Guiana, 2003.
Disponível em: <http://www.dec.org/pdf-docs/PNAY794.pdf> (Capturado em 12 de Junho de 2005).
- [4] SAVASTANO JR., Holmer. **Sistemas de cobertura para construções de baixo custo: uso de fibras vegetais e de outros resíduos agroindustriais.** Coletânea Habitare - vol. 4 - Utilização de Resíduos na Construção Habitacional. FINEP - Financiadora de Estudos e Projetos. 272p. Porto Alegre-RS, 2003.
Disponível em: <http://habitare.infohab.org.br/%20pdf/publicacoes/arquivos/128.pdf> (Capturado em 17 de Janeiro de 2005).
- [5] COUTTS, R. S. P. WARDEN, P. G. **Sisal Pulp Reinforced Cement Mortar.** Cement & Concrete Composites. n. 14, p. 17 -21. Elsevier Science Publishers Ltd, Grã-Bretanha, 1992.
- [6] EDITORA OBJETIVA. **HOUAISS - Dicionário Eletrônico da Língua Portuguesa 1.0.** São Paulo: Editora Objetiva LTDA. 1 compact disc cd-rom for Windows. 2001.
- [7] AMAZON PAPER. **Website Ofcial.** POEMA – Programa de Pobreza e Meio Ambiente, NUMA, UFPA, 2006.
Disponível em: <http://www.amazonpaper.com.br> (Capturado em 03 de Junho de 2005).
- [8] PEREIRA, Sanatiel de Jesus; MUÑIZ, Graciela Inês Bolzon; KAMININSKI, Moacir; KLOCK, Umberto; NISGOSKI, Silvana; FABROSWKI, Fernando José. **Celulose de buriti (*Mauritia vinifera Martius*) Buriti (*Mauritia vinifera Martius*) pulp.** Scientia Florestalis. n. 63, p. 202-213, jun. 2003. [S.l. : s.n.]
- [9] PEREIRA, Edmir A. QUEIROZ; Alexandre J. de M. FIGUEIRÉDO; Rossana M. de F. **Massa específica de polpa de açaí em função do teor de sólidos totais e da temperatura.** Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental, v.6, n.3, p.526-530, 2002. Campina Grande, PB, DEAg/UFCG.

Disponível em: <http://www.agriambi.com.br/revista/v6n3/526.pdf> (Capturado em 17 de Janeiro de 2005).

- [10] JONES, Robert M. *Mechanics of Composite Materials. 2nd ed.* Blacksburg, EUA, 1999. Taylor & Francis, Inc.
- [11] SCHWARTZ, Mel M. *Composite Materials Handbook.* New York, EUA, 1984. McGraw-Hill, Inc.
- [12] JASTRZEBSKI, Zbigniew D. *The Nature and Properties of Engineering Materials.* New York, EUA, 1987. John Wiley & Sons, Inc.
- [13] CALLISTER Jr., William D. *Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução.* New York, EUA, 2000. LTC Editora S.A.
- [14] AGARWAL, Bhagwan D.; BROUTMAN, Lawrence J. *Analysis and Performance of Fiber Composites. 2nd ed.* Kanpur, Índia, 1990. John Wiley & Sons, Inc.
- [15] MAZUMDAR, Sanjay K. *Composites Manufacturing: Materials, product, and process engineering.* Boca Ratón, EUA, 2001. CRC Press LLC.
- [16] GIL; Carlos Roberto A. *Sistema Experimental para Fabricação de Compósitos de Liga de Alumínio Reforçada com Carbeto de Silício via Compofundição.* Dissertação de Mestrado. Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul. Porto Alegre-RS, 2002.
- [17] SILVA, Rosana Vilarim da. *O Uso de Resinas Naturais com Reforço de Fibras Lignocelulósicas.* Dissertação de Mestrado, USP. São Carlos-SP, 2003.
- [18] ROWELL, Roger M.; YOUNG, Raymond A. & ROWELL, Judith K. *Paper and Composites from Agro-Based Resources.* CRC Press LCC. Boca Ratón, EUA, 1997. p. 269-299.
Disponível em: <http://www.fpl.fs.fed.us/documents/pdf1997/engli97c.pdf> (Capturado em 23 de Maio de 2005).
- [19] RAI, Amit & JHA, C.N. *Natural Fibre Composites and Its Potential as Building Materials.* BMTPC/Development Officer. Nova Déli, Índia, 2004.
Disponível em: <http://www.bmtpc.org/pubs/papers/paper1.htm> (Capturado em 13 de Agosto de 2005).
- [20] DUKE, James A. *Hibiscus cannabinus L., Malvaceae. Kenaf, Bimli, Bimlipatum, Jute, Deccan hemp.* Handbook of Energy Crops. 1983. [S.l. : s.n.].
Disponível em: http://www.hort.purdue.edu/newcrop/duke_energy/Hibiscus_cannabinus.html (Capturado em 30 de Junho de 2006).
- [21] Pimentel, Marcelo Sampaio. *Rotação de culturas. Espécies alternativas para formação de palha no cerrado.* Revista Plantio Direto, edição nº 85, janeiro/fevereiro de 2005. Aldeia Norte Editora, Passo Fundo.
Disponível em: http://www.plantiodireto.com.br/?body=cont_int&id=607 (Capturado em 11 de Janeiro de 2006).
- [22] MEDEIROS, Eliton Soto de; MATTOSO, Luiz Henrique C. & CARVALHO, Laura Hecker de. *Uso de Tecidos de Fibras Vegetais para Melhoria das Propriedades de Materiais Plásticos.* Circular Técnica, Emprapa/Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. São Carlos-SP. Novembro, 2002.
Disponível em: http://watts.cnpdia.embrapa.br/publicacoes/CiT16_2002.pdf (Capturado em 30 de Junho de 2006).

2006).

[23] DA SILVA, Rosana Vilarim. *Compósito de Resina Poliuretano Derivada de Óleo de Mamona e Fibras Vegetais*. Tese de Doutorado, USP – Universidade de São Paulo. São Carlos-SP, 2003.

[24] WIKIPÉDIA. Desenvolvido pela Wikimedia Foundation. Apresenta conteúdo enciclopédico.

Disponível em:

http://pt.wikipedia.org/w/index.php?title=P%C3%A1gina_principal&oldid=4156597 (Capturado em 5 de Janeiro de 2007).

[25] COZZA, Eric. *Batimat 2005 – Salão Internacional da Construção*. Revista Téchne, n° 105, Editora Pini. São Paulo, Dezembro de 2005.

[26] ANJOS, M. A. S. *Compósito a Base de Cimento Reforçado com Polpa de Bambu - Caracterização Física, Mecânica e Microestrutural*. Dissertação de Mestrado. Pontifícia Universidade Católica, PUC-Rio, Rio de Janeiro, 2002. 96 p.

[27] ANJOS, M. A. S. dos; GHAVAMI, K. & BARBOSA, N. P. *Compósitos à base de cimento reforçados com polpa celulósica de bambu. Parte I: Determinação do teor de reforço ótimo*. Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental, v.7, n.2, p.339-345. Campina Grande-PB, 2003.

Disponível em: <http://www.scielo.br/pdf/rbeaa/v7n2/v7n2a26.pdf> (Capturado em 9 de Julho de 2006).

[28] ABMTENC - Associação Brasileira de Ciências de Materiais e Tecnologias Não Convencionais. *Website oficial*. PUC-Rio, 2006.

Disponível em: <http://www.abmtenc.civ.puc-rio.br> (Capturado em 13 de Agosto de 2006).

[29] JOSEPH, Kuruvilla, MEDEIROS, Eliton S. and CARVALHO, Laura H. *Tensile Properties of Unsaturated Polyester Composites Reinforced by Short Sisal Fibers*. Polímeros: Ciência e Tecnologia, Oct./Dec. 1999, vol.9, no.4, p.136-141. [S.I. : s.n.]

[30] TOLEDO FILHO, Romildo D. GHAVAMI, Khosrow. ENGLAND, George L. SCRIVENER, Karen. *Development of vegetable fibre-mortar composites of improved durability*. Cement & Concrete Composites, n. 25, p. 185-196. Elsevier Science Publisher Ltd. Grã-Bretanha, 2003.

[31] SAVASTANO JR., Holmer. *Zona de Transição Entre Fibras e Pasta de Cimento Portland: Caracterização e Inter-relação com as Propriedades Mecânicas do Compósito*. Tese de Doutorado. Escola Politécnica, USP – Universidade de São Paulo. São Paulo-SP, 1992.

[32] SAVASTANO JR., Holmer & DEVITO, Reginaldo Araujo. *Alternative fibre-cement produced by a slurry de-watering method*. Revista Agribuilding, Setembro de 2001. p. 234 a 241. Campinas-SP, 2001. [S.n.]

Disponível em: http://www.cnpsa.embrapa.br/cigr/ cd/proceedings/ab2001_2007.pdf (Capturado em 4 de Junho de 2005).

[33] SAVASTANO JR., Holmer. *Telhas à Base de Cimento Alternativo Reforçado com Fibras Celulósicas*. Relatório de Atividades, Construções Rurais & Ambiência. Faculdade de

Zootecnia e Engenharia de Alimentos, Universidade de São Paulo. Pirassununga-SP, 2002.

Disponível em:

http://www.antac.org.br/prototipos/projetos/%2003_telha_cimento_alternativo/etapas/rel_fibrocimento.pdf (Capturado em 19 de Agosto de 2005).

[34] COUTTS, R. S. P. & WARDEN, P. G. *Sisal Pulp Reinforced Cement Mortar*. Cement & Concrete Composites, n. 14, p. 17-21. Elsevier Science Publisher Ltd. Grã-Bretanha, 1992.

[35] G. Ramakrishna & T. Sundararajan. *Impact strength of a few natural fibre reinforced cement mortar slabs: a comparative study*. Cement & Concrete Composites, n. 27, p. 547-553. Elsevier Science Publisher Ltd. Grã-Bretanha, 2005.

[36] ARSÈNE, M-A.; SAVASTANO JR., H.; ALLAMEH, S. M. & GHAVAMI, K.; SOBOYEJO, W. O. Cementitious Composites Reinforced with Vegetable Fibers. [S.I. : s.n.] Disponível em: http://www.abmtenc.civ.puc-rio.br/abmtenc/areas/pdfs/artigo/Arsene_M_A.pdf (Capturado em 15 de Junho de 2005).

[37] WURTZ, Francis. *Amianto: Os custos humanos da voracidade das empresas*. Brochura. GUE/NGL – Grupo Confederal da Esquerda Unitária Européia/Esquerda Nôrdica Verde, Grupo Parlamentar. Conferência sobre o amianto, Setembro de 2005 - Parlamento Europeu, EU – União Européia. Bruxelas, CEE, 2005.

Disponível em: <http://www.guengl.eu/upload/Portuguese-3.pdf> (Capturado em 12 de Dezembro de 2006).

[38] PETRUCCI, E.G.R. *Materiais de Construção*. Editora Globo. Porto Alegre, 1976. 435 pg.

[39] RESENDE, Fabrício Meneses. *Influência das Fibras de Aço, Polipropileno e Sisal no Amortecimento de Concretos de Resistência Normal e de Alto Desempenho*. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal do Rio de Janeiro. Rio de Janeiro-RJ, 2003. Disponível em: http://www.coc.ufrj.br/teses/mestrado/_estruturas/2003/teses/RESENDE_FM_03_t_M_est.pdf (Capturado em 1 de Maio de 2005).

[40] e SILVA, Aluizio Caldas & JOHN, Wanderley Moacyr. *Compósitos reforçados com fibras de celulose (CRFC): aspectos relativos à durabilidade*. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, Departamento de Engenharia de Construção Civil. Boletim Técnico – Série BT/PCC. ISSN 0103-9830, BT/PCC/342. São Paulo, 2003.

Disponível em: http://publicacoes.pcc.usp.br/_PDF2003&2004_1/BT%20-%20342.pdf (Capturado em 29 de Agosto de 2005).

[41] e SILVA, Aluizio Caldas. *Estudo da Durabilidade em Compósitos Reforçados com Fibras de Celulose*. Dissertação de Mestrado. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. São Paulo-SP, 2002.

Disponível em: <http://www.reciclagem.pcc.usp.br/ftp/Dissertacao%20Aluizio.pdf> (Capturado em 1 de Maio de 2005).

[42] ALDEA, Corina; MARIKUNTE, Shashi & Shah, Surendra P. *Extruded Fiber Reinforced Cement Pressure Pipe*. National Science Foundation for Science and Technology of Advanced Cement-Based Materials, Northwestern University. Evanston, EUA, 1998.

[43] MAC FADDEN, Joana. *A Produção de Açaí a Partir do Processamento dos Frutos do Palmiteiro (Euterpe edulis Martius) na Mata Atlântica*. Dissertação de Mestrado. Programa de Pós-Graduação em Agroecossistemas, Centro de Ciências Agrárias, UFSC – Universidade

Federal de Santa Catarina. Florianópolis-SC, 2005.

[44] CANTO, Sérgio Aruana Elarrat. *Processo Extrativista do Açaí: Contribuição da Ergonomia com Base na Análise Postural Durante a Coleta dos Frutos*. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis-SC, 2001.

[45] RENDEIRO, Ruth. *Vinho amazônico. Propriedades e vantagens do açaí vão muito além do suco na tigela*. Revista Problemas Brasileiros, n. 377, setembro/outubro de 2006. SESCSP. São Paulo-SP, 2006.

Disponível em: <http://www.sesesp.org.br/sesc/home/index.cfm> (Capturado em 10 de Dezembro de 2006).

[46] Globo Comunicação e Participações S.A. *Globo Rural - Glossário*. Website Oficial. Disponível em: <http://globoruraltv.globo.com/GRural/0,27062,4369,00.html> (Capturado em 10 de Dezembro de 2006).

[47] LUZ, Rodrigo. Uma solução para o homem do campo e para a Mata Atlântica. Programa Ambiental: A Última Arca de Noé. Website Oficial, 2005.

Disponível em: <http://www.ultimaarcadenoe.com> (Capturado em 10 de Dezembro de 2006).

[48] Associação Brasileira de Normas Técnicas. *NBR 7220 - Agregados: Determinação de Impurezas Orgânicas Húmicas em Agregado Miúdo*. Rio de Janeiro: ABNT, Agosto de 1987. 4 p.

[49] SARMIENTO, C. Ramirez & FREIRE, W. J. *Argamassa de Cimento e Areia Combinada com Fibras de Bagaço de Cana-de-Açúcar*. Revista Brasileira de Engenharia Agrícola, v. 17, n. 2, p. 1-8. Jaboticabal-SP, 1997. [S.n.]

[50] SOFFNER, Maria de Lourdes Aparecida Prudente. *Produção de Polpa Celulósica a Partir de Engaço de Bananeira*. Dissertação de Mestrado, 56p. Escola Superior de Agricultura Luiz Queiroz - Universidade de São Paulo (USP). Piracicaba-SP, 2001.

[51] Associação Brasileira de Normas Técnicas. *NBR 5738 - Concreto: Procedimento para Moldagem e Cura de Corpos-de-Prova*. Rio de Janeiro: ABNT, Dezembro de 2003. 6 p.

[52] _____. *NBR 9479 - Câmaras Úmidas e Tanques para Cura de Argamassa e Concreto*. Rio de Janeiro: ABNT, Junho de 1994. 2 p.

[53] _____. *NBR 7215 - Cimento Portland: Determinação da Resistência à Compressão*. Rio de Janeiro: ABNT, Dezembro de 1996. 8 p.

[54] _____. *NBR 5739 - Concreto: Ensaio de Compressão de Corpos-de-Prova Cilíndricos*. Rio de Janeiro: ABNT, Julho de 1994. 4 p.

[55] _____. *NBR 6156 - Máquina de Ensaio de Tração e Compressão - Verificação: Método de Ensaio*. Rio de Janeiro: ABNT, Setembro de 1983. 5 p.

[56] _____. *NBR 12142 - Concreto: Determinação da Resistência à Tração na Flexão em Corpos-de-prova Prismáticos*. Rio de Janeiro: ABNT, Dezembro de 1991. 3 p.

[57] _____. *NBR 7222 - Argamassa e Concreto: Determinação da Resistência à Tração por Compressão Diametral*. Rio de Janeiro: ABNT, Março de 1994. 3 p.

- [58] MOCHNACZ, Sandro & AMICO, Sandro C. & SYDENSTRICKER, Thais H. D. *Caracterização Superficial de fibras de Sisal para Utilização em Compósitos Poliméricos*. Sulmat 2002, Congresso em Ciência de Materiais do Mercosul. Joinville, 2002.
Disponível em: http://www.demec.ufpr/grupo_de_polimeros/sulmat2002.pdf (Capturado em 12 de Dezembro de 2004).
- [59] BLEDZKI, A. K. & GASSAN, J. *Composites reinforced with cellulose based fibres*. Prog. Polym. Sci. n. 24, p.221-274. Elsevier Science Publisher Ltd. Grã-Bretanha, 1999.
- [60] National Institute of Standards and Technology. *Web Chemical Book*. U.S. Commerce Department's Technology Administration/NIST. Gaithersburg, EUA.
Disponível em: <http://webbook.nist.gov/chemistry/vib-ser.html.en-us.en> (Capturado em 13 de Dezembro de 2006).
- [61] National Institute of Advanced Industrial Science and Technology (AIST). *Spectral Database for Organic Compounds SDBS*. Governo do Japão/AIST. Tókio, Japão.
Disponível em: http://www.aist.go.jp/RIODB/SDBS/cgi-bin/direct_frame_top.cgi?lang=eng (Capturado em 13 de Dezembro de 2006).
- [62] Berkeley National Laboratory. *FTIR spectroscopy and IR materials*. The Advanced Light Source-ALS/Berkeley Lab. University of California for U.S. Department of Energy.
Disponível em: <http://infrared.als.lbl.gov/FTIRinfo.html> (Capturado em 13 de Dezembro de 2006).
- [63] MTIIZ-MIRET, Nuria; VAMOS, Robert; HIRAOKA, Mario; MONTAGNINI, Florêncio & MENDELSON, Robert. *The economic value of managing the açaí palm (*Euterpe oleracea Mart.*) in the floodplains of the Amazon estuary, Par& Brazil* Forest Ecology and Management, n. 7, p. 163-173. Elsevier Science Publisher Ltd. Grã-Bretanha, 1996.
- [64] Dr. Klaus Bohnemann & Torsten Dietz. **Process Options for the Production of Fibre-Cement Sheets**. *6th International Inorganic-Bonded Wood & Fiber Composite Materials Conference*. September 27 - 30, 1998, Sun Valley, Idaho USA. University of Idaho/Moscow (org.).
Disponível em:
http://www.wehrhahn.de/downloads/FIBRECEMENT/Process_Options.PDF (Capturado em 11 de Dezembro de 2005).

APÊNDICE A – Amostragem e tratamento estatístico das larguras da fibra

Amostra	Largura (μm)			Lume (μm)			Espessura de parede (μm)		
	L	I	Média	D	d	Média	E	e	Média
Seção 1	266,13	74,97	170,55	23,51	9,52	16,51	121,31	32,73	77,02
Seção 2	214,35	69,48	141,92	18,94	8,82	13,88	97,71	30,33	64,02
Seção 3	175,43	61,29	118,36	15,50	7,78	11,64	79,97	26,76	53,37
Seção 4	192,46	66,75	129,61	17,00	8,47	12,74	87,73	29,14	58,44
Seção 5	184,50	64,38	124,44	16,30	8,17	12,24	84,10	28,10	56,10
Seção 6	191,89	54,67	123,28	16,95	6,94	11,95	87,47	23,87	55,67
Seção 7	165,27	56,88	111,08	14,60	7,22	10,91	75,33	24,83	50,08
Seção 8	242,13	57,66	149,90	21,39	7,32	14,36	110,37	25,17	67,77
Seção 9	164,39	63,45	113,92	14,52	8,05	11,29	74,93	27,70	51,32
Seção 10	130,48	55,43	92,96	11,53	7,04	9,28	59,48	24,20	41,84
Seção 11	118,48	53,47	85,98	10,47	6,79	8,63	54,01	23,34	38,68
Seção 12	104,56	45,87	75,22	9,24	5,82	7,53	47,66	20,02	33,84
Seção 13	237,76	66,56	152,16	21,01	8,45	14,73	108,38	29,06	68,72
Seção 14	116,83	33,45	75,14	10,32	4,25	7,28	53,25	14,60	33,93
Seção 15	264,64	63,47	164,06	23,38	8,06	15,72	120,63	27,71	74,17
Seção 16	184,57	62,65	123,61	16,31	7,95	12,13	84,13	27,35	55,74
Seção 17	196,73	63,86	130,30	17,38	8,11	12,74	89,67	27,88	58,78
Seção 18	114,74	68,35	91,55	10,14	8,68	9,41	52,30	29,84	41,07
Seção 19	194,64	64,83	129,74	17,20	8,23	12,71	88,72	28,30	58,51
Seção 20	198,84	68,34	133,59	17,57	8,67	13,12	90,64	29,83	60,24
Seção 21	238,63	74,82	156,73	21,08	9,50	15,29	108,77	32,66	70,72
Seção 22	133,74	63,92	98,83	11,82	8,11	9,96	60,96	27,90	44,43
Seção 23	239,48	66,63	153,06	21,16	8,46	14,81	109,16	29,09	69,13
Seção 24	204,93	85,76	145,35	18,11	10,89	14,50	93,41	37,44	65,43
Seção 25	305,46	116,44	210,95	26,99	14,78	20,88	139,24	50,83	95,04
Seção 26	200,65	39,57	120,11	17,73	5,02	11,37	91,46	17,27	54,37
Seção 27	193,23	56,61	124,92	17,07	7,19	12,13	88,08	24,71	56,40
Seção 28	188,11	53,72	120,92	16,62	6,82	11,72	85,75	23,45	54,60
Seção 29	171,92	68,84	120,38	15,19	8,74	11,96	78,37	30,05	54,21
Seção 30	258,33	76,17	167,25	22,82	9,67	16,25	117,75	33,25	75,50
Seção 31	264,93	71,99	168,46	23,41	9,14	16,27	120,76	31,43	76,10
Seção 32	233,28	95,77	164,53	20,61	12,16	16,38	106,33	41,81	74,07
Seção 33	137,46	54,88	96,17	12,14	6,97	9,56	62,66	23,96	43,31
Seção 34	269,27	97,30	183,29	23,79	12,35	18,07	122,74	42,48	82,61
Seção 35	187,55	64,48	126,02	16,57	8,18	12,38	85,49	28,15	56,82
Seção 36	118,94	49,81	84,38	10,51	6,32	8,42	54,22	21,74	37,98
Seção 37	207,14	77,66	142,40	18,30	9,86	14,08	94,42	33,90	64,16
Seção 38	116,24	38,48	77,36	10,27	4,88	7,58	52,99	16,80	34,90
Seção 39	115,00	52,39	83,70	10,16	6,65	8,40	52,42	22,87	37,65
Seção 40	224,93	61,22	143,08	19,87	7,77	13,82	102,53	26,72	64,63
Seção 41	359,49	95,13	227,31	31,76	12,07	21,92	163,86	41,53	102,70
Seção 42	97,58	49,60	73,54	8,62	6,28	7,45	44,48	21,61	33,05
Seção 43	264,51	117,34	190,93	23,37	14,89	19,13	120,57	51,22	85,90
Seção 44	159,50	73,49	116,50	14,09	9,33	11,71	72,70	32,08	52,39
Seção 45	221,67	65,18	143,43	19,58	8,27	13,93	101,04	28,45	64,75
Seção 46	283,11	83,74	183,43	25,01	10,63	17,82	129,05	36,56	82,81
Seção 47	215,17	76,42	145,80	19,01	9,70	14,36	98,08	33,36	65,72
Seção 48	143,99	58,71	101,35	12,72	7,45	10,09	65,63	25,63	45,63
Seção 49	110,88	65,87	88,38	9,80	8,36	9,08	50,54	28,75	39,65
Seção 50	223,96	74,13	149,05	19,79	9,41	14,60	102,09	32,36	67,23

Usando as médias:

Largura:

Amplitude total At:

At = Lmáx - Lmín

$$At = 153,77$$

Número de classes k:

$$k = 1 + 3,22 \times \log N \quad \text{Log}50 = 1,70$$

K = 6,47 (6 classes)

Amplitude de classe h:

$$h = At / k$$

$$h = 25,63$$

Mediana:

$$Md = l_ii + [(n/2 - fac) \times h]/f_i$$

classe mediana: local = n/2

Diâmetro do Lume:

Amplitude total At:

At = Lmáx - Lmín

$$At = 14,64$$

Número de classes k:

$$k = 1 + 3,22 \times \log N \quad \text{Log}50 = 1,70$$

$$K = 6,47 (6 classes)$$

Amplitude de classe h:

$$h = At / k$$

$$h = 2,44$$

Mediana:

$$Md = l_ii + [(n/2 - fac) \times h]/f_i$$

classe mediana: local = n/2

Larguras (μm)	f _i	fac	x _i	f _i . x _i	f _i . x _i ²
73,54	-	99,17	12	12,86,36	1036,32
99,17	-	124,80	11	123,89	137959,36
124,80	-	150,43	14	123,62	1926,68
150,43	-	176,06	8	163,25	1306,00
176,06	-	201,69	3	188,88	566,64
201,69	-	227,32	2	214,51	429,02
	50	-	-	6496,55	904866,20

$$\text{Média aritmética} = 129,93 \mu\text{m}$$

$$\text{Moda} = 133,34 \mu\text{m}$$

$$\text{Variância } s^2 = 1240,06$$

$$\text{Desvio padrão } s = 35,21$$

$$\text{Coeficiente de variação } cv = 27,10 \%$$

$$\text{Mediana} = 150,43 \text{ mm}$$

$$\text{Média aritmética} = 12,75 \mu\text{m}$$

$$\text{Moda} = 12,65 \mu\text{m}$$

$$\text{Variância } s^2 = 11,13$$

$$\text{Desvio padrão } s = 3,34$$

$$\text{Coeficiente de variação } cv = 26,20 \%$$

$$\text{Mediana} = 12,54 \text{ mm}$$

Largura de Parede:

Amplitude total At:

At = Lmáx - Lmín

$$At = 69,65$$

Número de classes k:

$$k = 1 + 3,22 \times \log N \quad \text{Log}50 = 1,70$$

$$K = 6,47 (6 classes)$$

Amplitude de classe h:

$$h = At / k$$

$$h = 11,61$$

Mediana:

$$Md = l_ii + [(n/2 - fac) \times h]/f_i$$

classe mediana: local = n/2

Espessura de Parede (μm)	f _i	fac	x _i	f _i . x _i	f _i . x _i ²
33,05	-	44,66	12	38,86	466,32
44,66	-	56,27	11	50,47	555,17
56,27	-	67,88	14	62,08	869,12
67,88	-	79,49	8	73,69	598,52
79,49	-	91,10	3	85,30	255,90
91,10	-	102,71	2	96,91	193,82
	50	-	-	2929,85	184148,7

$$\text{Média aritmética} = 58,60 \mu\text{m}$$

$$\text{Moda} = 60,14 \mu\text{m}$$

$$\text{Variância } s^2 = 254,45$$

$$\text{Desvio padrão } s = 15,95$$

$$\text{Coeficiente de variação } cv = 27,22 \%$$

$$\text{Mediana} = 57,93 \text{ mm}$$

APÊNDICE B – Amostragem e tratamento estatístico do comprimento da fibra

Amostra	Comp. (mm)
Fibra 1	13,64
Fibra 2	14,49
Fibra 3	13,07
Fibra 4	18,21
Fibra 5	20,36
Fibra 6	16,34
Fibra 7	23,53
Fibra 8	21,02
Fibra 9	23,13
Fibra 10	20,23
Fibra 11	11,17
Fibra 12	14,24
Fibra 13	16,78
Fibra 14	16,34
Fibra 15	14,56
Fibra 16	25,24
Fibra 17	22,33
Fibra 18	22,17
Fibra 19	23,27
Fibra 20	19,74
Fibra 21	16,81
Fibra 22	13,29
Fibra 23	13,48
Fibra 24	16,24
Fibra 25	15,98
Fibra 26	20,44
Fibra 27	23,19
Fibra 28	23,76
Fibra 29	24,11
Fibra 30	23,92
Fibra 31	13,34
Fibra 32	12,10
Fibra 33	14,77
Fibra 34	14,45
Fibra 35	11,39
Fibra 36	19,28
Fibra 37	21,94
Fibra 38	23,17
Fibra 39	23,37
Fibra 40	20,92
Fibra 41	12,22
Fibra 42	12,37
Fibra 43	13,71
Fibra 44	14,28
Fibra 45	14,90
Fibra 46	20,13
Fibra 47	22,33
Fibra 48	24,69
Fibra 49	22,58
Fibra 50	23,76

Usando as médias:

Comprimento:

Amplitude total At:

$$At = L_{\max} - L_{\min}$$

$$At = 14,07$$

Número de classes k:

$$k = 1 + 3,22 \times \log \quad \log 50 = 1,69897$$

$$K = 6,47 \text{ (6 classes!)}$$

Amplitude de classe h:

$$h = At / k$$

$$h = 2,35$$

Mediana:

$$Md = li + [(n/2 - fac^*) \times h] / fi$$

classe mediana: local = n/2

Comprimentos (mm)	fi	facm	xi	fi . xi	fi . xi ²
11,17	1	13,52	9	9	12,35
13,52	1	15,87	9	18	14,70
15,87	1	18,22	7	25	17,05
18,22	1	20,57	6	31	19,40
20,57	1	22,92	7	38	21,75
22,92	1	25,27	12	50	24,10
			50	-	920,65
					17891,75

Média aritmética = 18,41 mm

Moda = 20,57 mm

Variância s² = 19,18

$$s^2 = \frac{1}{n-1} \times \left[\sum f_i \times x_i^2 - \frac{(\sum f_i \times x_i)^2}{n} \right]$$

Desvio padrão s = 4,38

$$s = \sqrt{s^2}$$

Coeficiente de variação cv = 23,79 %

Mediana = 18,22 mm

APÊNDICE C – Amostragem, médias e desvios padrão das propriedades físicas da fibra

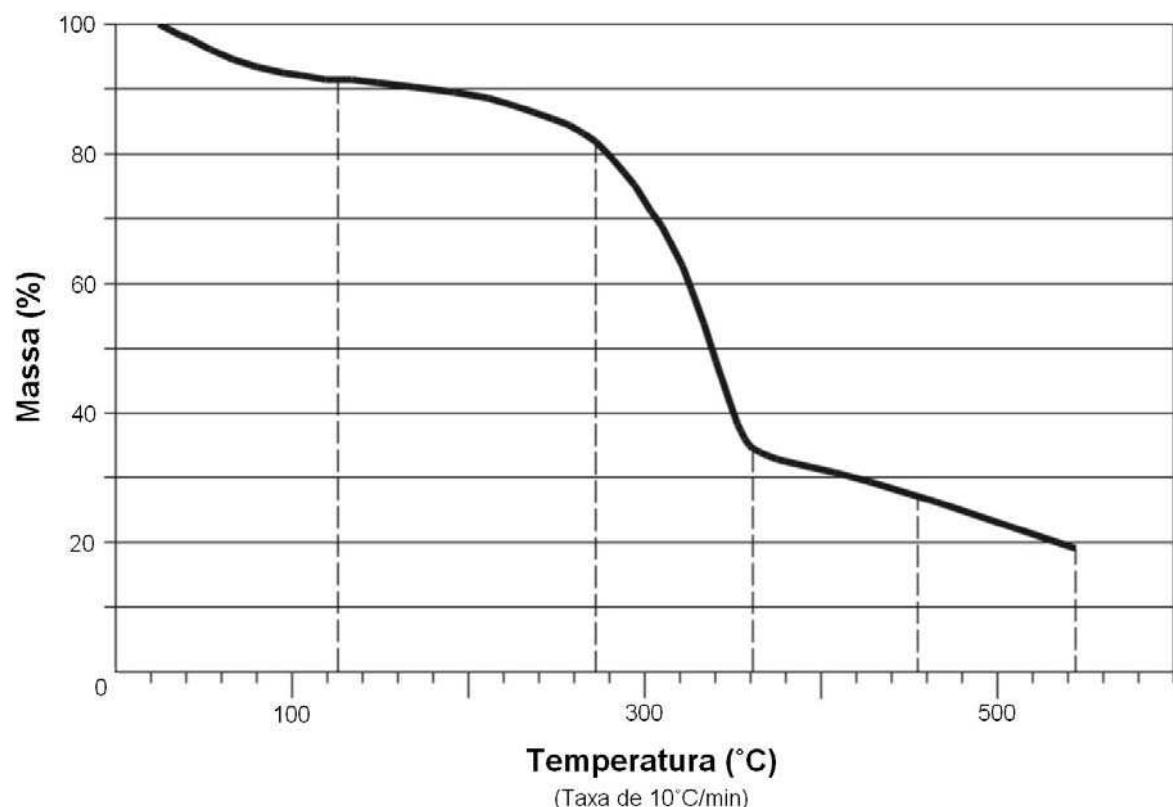
PRIMEIRA ETAPA

Mistura Corpo-de-prova	Massa Seca (g)	Desvio Padrão (dp)	Massa Saturada (g)	Desvio Padrão (dp)	Massa Imersa (g)	Desvio Padrão (dp)	Absorção de Água (%)	Desvio Padrão (dp)	Porosidade Aparente (%)	Desvio Padrão (dp)	Massa Específica (g/cm³)	Desvio Padrão (dp)
01ARG (0% de fibras)	837,48	2,97	921,66	1,40	496,67	0,50	10,05	0,20	19,81	0,42	1,97	0,00
CP1	840,48	-	922,37	-	496,55	-	9,74	-	19,23	-	1,97	-
CP2	832,76	-	919,49	-	495,98	-	10,41	-	20,48	-	1,97	-
CP3	839,21	-	923,13	-	497,47	-	10,00	-	19,72	-	1,97	-
02MIN (0,3 % de fibras)	803,33	1,79	913,83	1,56	485,17	1,04	13,76	0,14	25,78	0,22	1,87	0,00
CP1	806,18	-	915,54	-	486,57	-	13,57	-	25,49	-	1,88	-
CP2	802,29	-	914,45	-	485,48	-	13,98	-	26,15	-	1,87	-
CP3	801,53	-	911,49	-	483,46	-	13,72	-	25,69	-	1,87	-
03MAX (0,6 % de fibras)	831,83	5,88	934,00	3,35	500,50	2,05	12,29	0,76	23,57	1,29	1,92	0,00
CP1	841,53	-	934,97	-	501,22	-	11,10	-	21,54	-	1,94	-
CP2	823,88	-	928,49	-	497,47	-	12,70	-	24,27	-	1,91	-
CP3	830,08	-	938,53	-	502,81	-	13,07	-	24,89	-	1,91	-

SEGUNDA ETAPA

Mistura Corpo-de-prova	Massa Seca (g)	Desvio Padrão (dp)	Massa Saturada (g)	Desvio Padrão (dp)	Massa Imersa (g)	Desvio Padrão (dp)	Absorção de Água (%)	Desvio Padrão (dp)	Porosidade Aparente (%)	Desvio Padrão (dp)	Massa Específica (g/cm³)	Desvio Padrão (dp)
T100F (0% de fibras)	387,68	0,57	408,25	0,69	212,00	0,69	5,31	0,10	10,48	0,00	1,98	0,00
CP1	388,03	-	408,74	-	212,49	-	5,34	-	10,55	-	1,98	-
CP2	388,26	-	408,91	-	212,66	-	5,32	-	10,52	-	1,98	-
CP3	386,75	-	407,11	-	210,86	-	5,26	-	10,37	-	1,97	-
T203F (0,3 % de fibras)	388,54	1,46	407,24	1,22	211,00	1,21	4,81	0,10	9,53	0,20	1,98	0,00
CP1	386,37	-	405,23	-	209,00	-	4,88	-	9,61	-	1,97	-
CP2	390,74	-	408,88	-	212,63	-	4,64	-	9,24	-	1,99	-
CP3	388,50	-	407,62	-	211,37	-	4,92	-	9,74	-	1,98	-
T304F (0,4 % de fibras)	337,70	0,99	405,87	1,34	209,62	1,34	20,19	0,10	34,74	0,17	1,72	0,00
CP1	336,21	-	403,92	-	207,67	-	20,14	-	34,50	-	1,71	-
CP2	339,22	-	407,40	-	211,15	-	20,10	-	34,74	-	1,73	-
CP3	337,66	-	406,29	-	210,04	-	20,33	-	34,97	-	1,72	-
T405F (0,5 % de fibras)	336,05	0,69	404,77	2,04	208,52	2,04	20,45	0,39	35,01	0,62	1,71	0,10
CP1	335,01	-	402,80	-	206,55	-	20,24	-	34,54	-	1,71	-
CP2	336,05	-	403,41	-	207,16	-	20,04	-	34,32	-	1,71	-
CP3	337,09	-	408,10	-	211,85	-	21,07	-	36,18	-	1,72	-

ANEXO 1 – Curva termogravimétrica da fibra de sisal (*Agave sisalana*) obtida por Monhnacz et al.^[58]



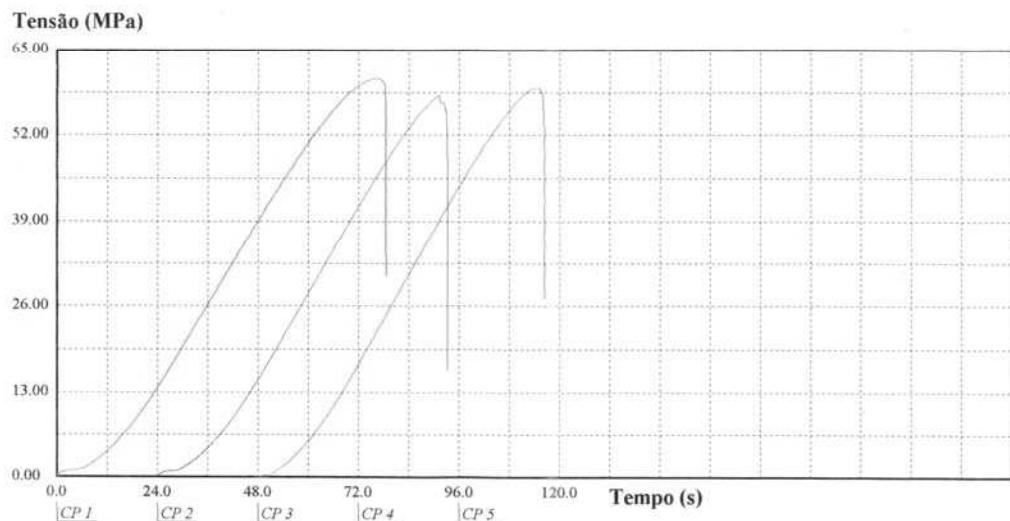
ANEXO 2 – Relatório de ensaio à compressão da mistura 01ARG aos 7 dias

FACULDADE DE ENGENHARIA DA PUCRS
LABORATÓRIO DE MATERIAS DE CONSTRUÇÃO CIVIL

Relatório de Ensaio

IGOR R. AMOROSO, —————— SBRASAJA —————— FASTA DE CIMENTO.

Corpo de Prova	Área (cm ²)	Força Máxima (kgf)	Tensão Máxima (MPa)
CP 1	19.6	12164	60.75
CP 2	19.6	11626	58.06
CP 3	19.6	11876	59.31
Número CPs	3	3	3
Média	19.63	11890	59.38
Mediana	19.63	11880	59.31
Desv. Padrão	0.0000	269.3	1.345
Coef.Var.(%)	0.0000	2.265	2.265
Mínimo	19.63	11630	58.06
Máximo	19.63	12160	60.75



Observação: ENSAIO AOS 07 DIAS

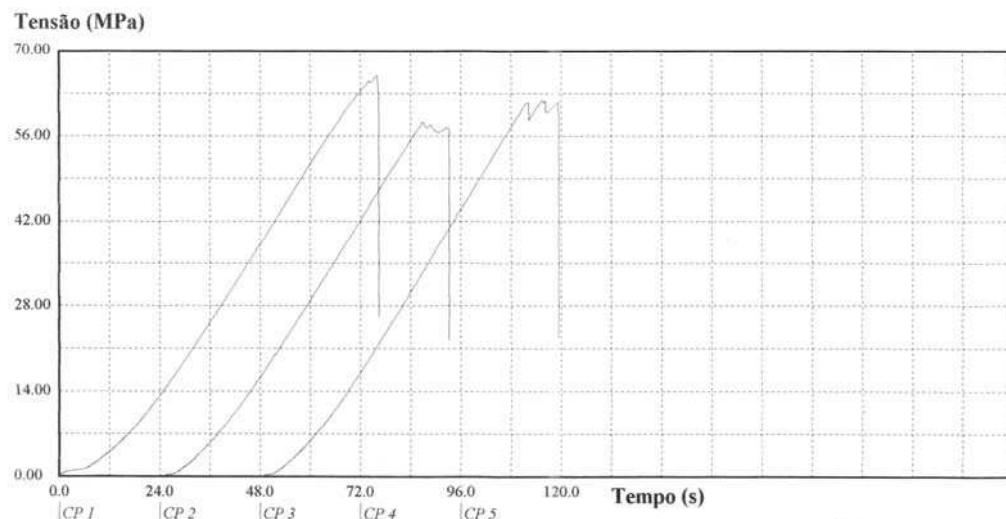
ANEXO 3 – Relatório de ensaio à compressão da mistura 01ARG aos 28 dias



FACULDADE DE ENGENHARIA DA PUCRS
LABORATÓRIO DE MATERIAS DE CONSTRUÇÃO CIVIL

Relatório de Ensaio

Corpo de Prova	Área (cm ²)	Força Máxima (kgf)	Tensão Máxima (MPa)
CP 1	19.6	13197	65.91
CP 2	19.6	11690	58.39
CP 3	19.6	12403	61.95
Número CPs	3	3	3
Média	19.63	12430	62.08
Mediana	19.63	12400	61.95
Desv. Padrão	0.0000	753.7	3.764
Coef.Var.(%)	0.0000	6.063	6.063
Mínimo	19.63	11690	58.39
Máximo	19.63	13200	65.91



Observação: 28 DIAS

ANEXO 4 – Relatório de ensaio à compressão da mistura 02MIN aos 7 dias

FACULDADE DE ENGENHARIA DA PUCRS

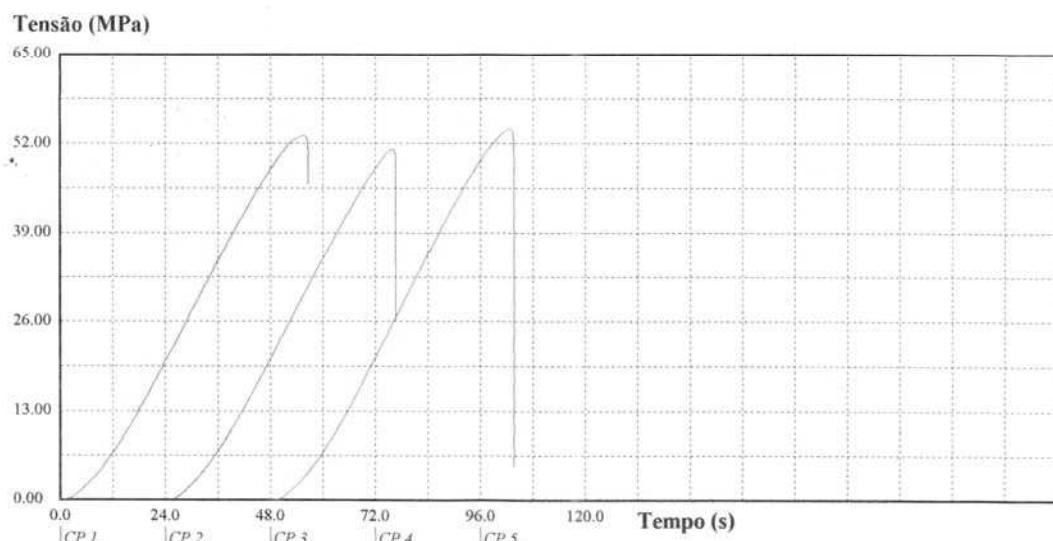
LABORATÓRIO DE MATERIAS DE CONSTRUÇÃO CIVIL

Relatório de Ensaio

Máquina: Emic PC200 Célula: Trd 29 Extensômetro: - Data: 16/11/2005 Hora: 17:09:35 Trabalho nº 0239
Programa: Tesc versão 1.13 Método de Ensaio: Compressão Argamassa
Ident. Amostra: >>>>>>>>>>>>>>>>>>>>>>>>>>> UIRAJARA PASTA DE CIMENTO COM MINIMO DE FIRRA:

Ident. Amostra: >>>>>>>>>>>>>>>>>>>>>> UBIRAJARA — PASTA DE CIMENTO COM MINIMÓ DE FIBRA:

Corpo de Prova	Área (cm ²)	Força Máxima (kgf)	Tensão Máxima (MPa)
CP 1	19.6	10657	53.23
CP 2	19.6	10249	51.19
CP 3	19.6	10860	54.24
Número CPs	3	3	3
Média	19.63	10590	52.89
Mediana	19.63	10660	53.23
Desv.Padrão	0.0000	311.1	1.554
Coef.Var.(%)	0.0000	2.938	2.938
Mínimo	19.63	10250	51.19
Máximo	19.63	10860	54.24



Observação: ENSAIO AOS 07 DIAS

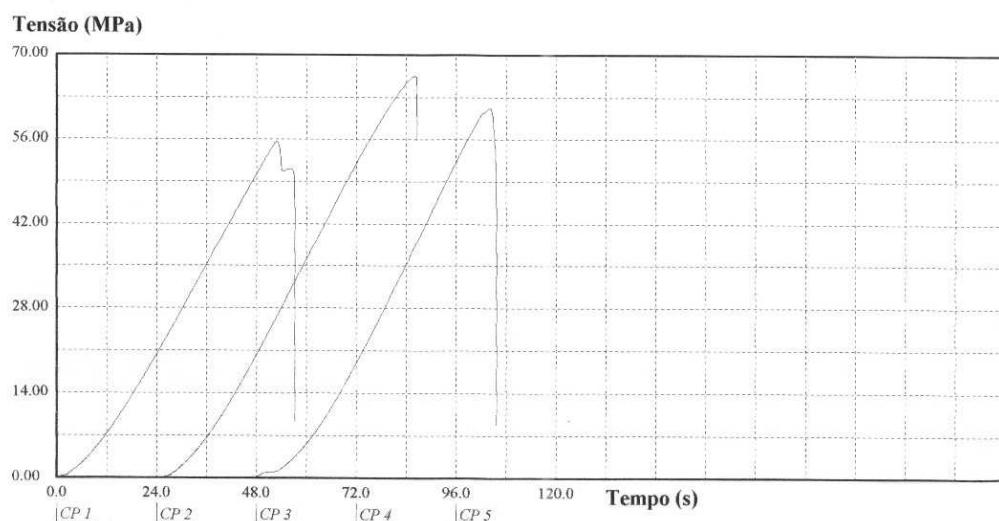
ANEXO 5 – Relatório de ensaio à compressão da mistura 02MIN aos 28 dias

FACULDADE DE ENGENHARIA DA PUCRS

LABORATÓRIO DE MATERIAS DE CONSTRUÇÃO CIVIL

Relatório de Ensaio

Corpo de Prova	Área (cm ²)	Força Máxima (kgf)	Tensão Máxima (MPa)
CP 1	19.6	11167	55.77
CP 2	19.6	13310	66.48
CP 3	19.6	12262	61.24
Número CPs	3	3	3
Média	19.63	12250	61.16
Mediana	19.63	12260	61.24
Desv.Padrão	0.0000	1071	5.351
Coef.Var.(%)	0.0000	8.749	8.749
Mínimo	19.63	11170	55.77
Máximo	19.63	13310	66.48



Observação: 28 DIAS

Mínimo de filira

ANEXO 6 – Relatório de ensaio à compressão da mistura 03MAX aos 7 dias

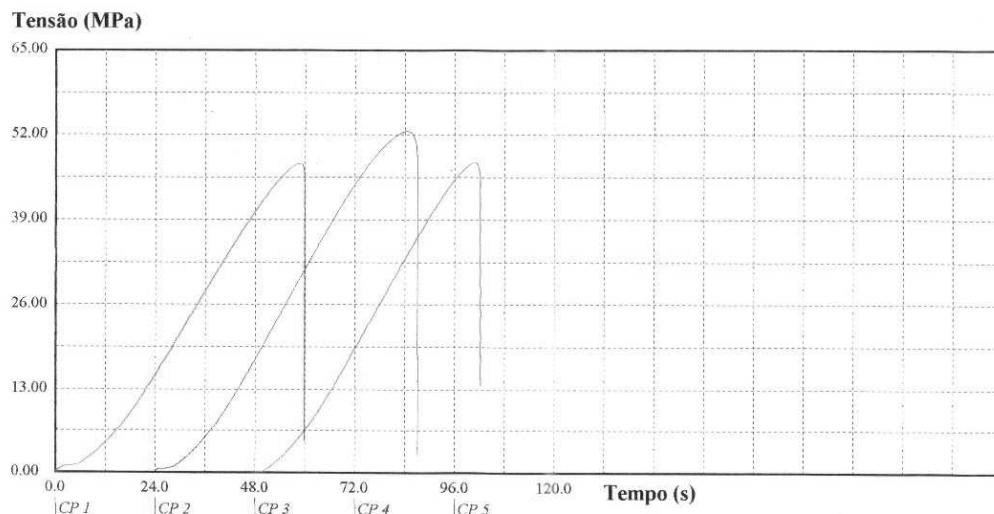
~~65818 TUM
0.44% FIBRA~~

FACULDADE DE ENGENHARIA DA PUCRS

LABORATÓRIO DE MATERIAS DE CONSTRUÇÃO CIVIL

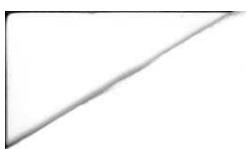
Relatório de Ensaios

Corpo de Prova	Área (cm ²)	Força Máxima (kgf)	Tensão Máxima (MPa)
CP 1	19.6	9544	47.66
CP 2	19.6	10523	52.56
CP 3	19.6	9583	47.86
Número CPs	3	3	3
Média	19.63	9883	49.36
Mediana	19.63	9583	47.86
Desv. Padrão	0.0000	554.5	2.769
Coef. Var. (%)	0.0000	5.610	5.610
Mínimo	19.63	9544	47.66
Máximo	19.63	10520	52.56



Observação: ENSAIO AOS 07 DIAS

ANEXO 7 – Relatório de ensaio à compressão da mistura 03MAX aos 28 dias

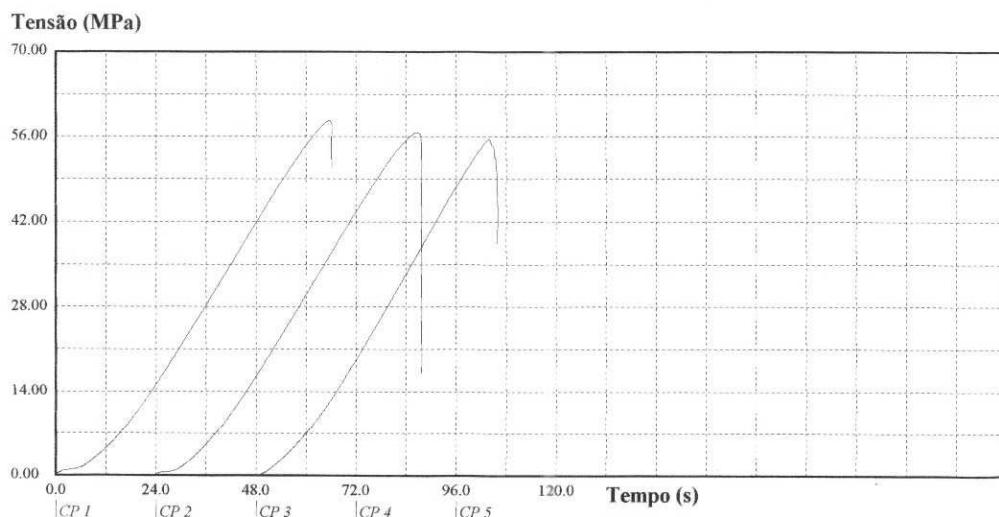


FACULDADE DE ENGENHARIA DA PUCRS

LABORATÓRIO DE MATERIAS DE CONSTRUÇÃO CIVIL

Relatório de Ensaio

Corpo de Prova	Área (cm ²)	Força Máxima (kgf)	Tensão Máxima (MPa)
CP 1	19.6	11744	58.65
CP 2	19.6	11359	56.73
CP 3	19.6	11167	55.77
Número CPs	3	3	3
Média	19.63	11420	57.05
Mediana	19.63	11360	56.73
Desv.Padrão	0.0000	293.6	1.466
Coef.Var.(%)	0.0000	2.570	2.570
Mínimo	19.63	11170	55.77
Máximo	19.63	11740	58.65



Observação: 28 DIAS

maximo de filera

ANEXO 8 – Relatório de ensaio à compressão da mistura T100F aos 7 dias

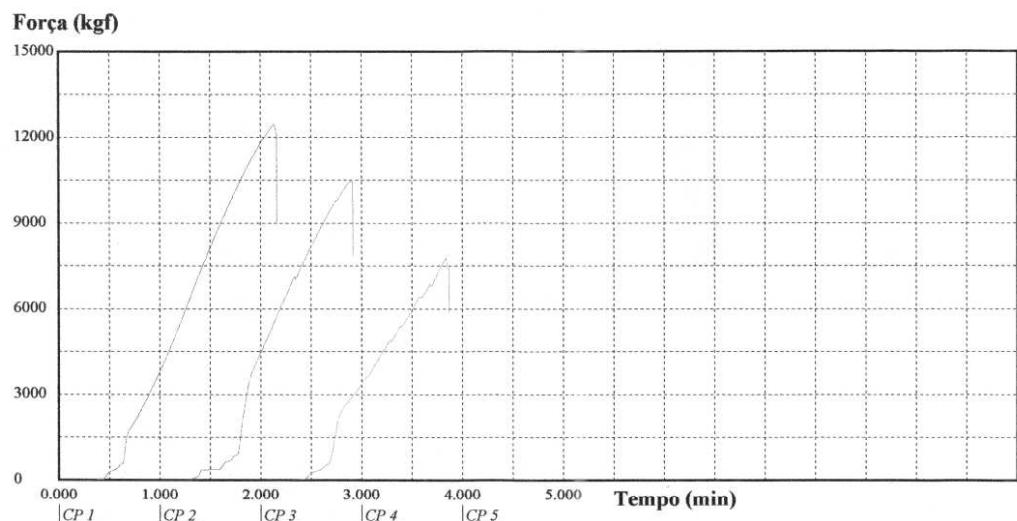
Unama - Universidade da Amazônia

Laboratório de Materiais de Construção

Relatório de Ensaio

Máquina: **Emic DL30000** Célula: **Trd 2** Extensómetro: - Data: **21/10/2006** Hora: **09:12:00** Trabalho n° **0045**
Programa: **Tesc versão 3.04** Método de Ensaio: **05 x 10**
Ident. Amostra: >>>>>>>>>>>>>>>>>>> Compositos Cimentícios Reforçados com Fibra de Açaí: MOLD: **14/10/06**

Corpo de Prova	Força @Força Max. (kgf)	Tensão @Força Max. (MPa)
CP 1	12441	62.14
CP 2	10495	52.42
CP 3	7789	38.90
Número CPs	3	3
Média	10240	51.15
Mínimo	7789	38.90
Máximo	12440	62.14



Observação: Compressão axial simples de corpos de prova cilíndricos de concreto, nas dim. 05 x 10 cm, rompido com mas de 07 dias de idade. Traço: T10F

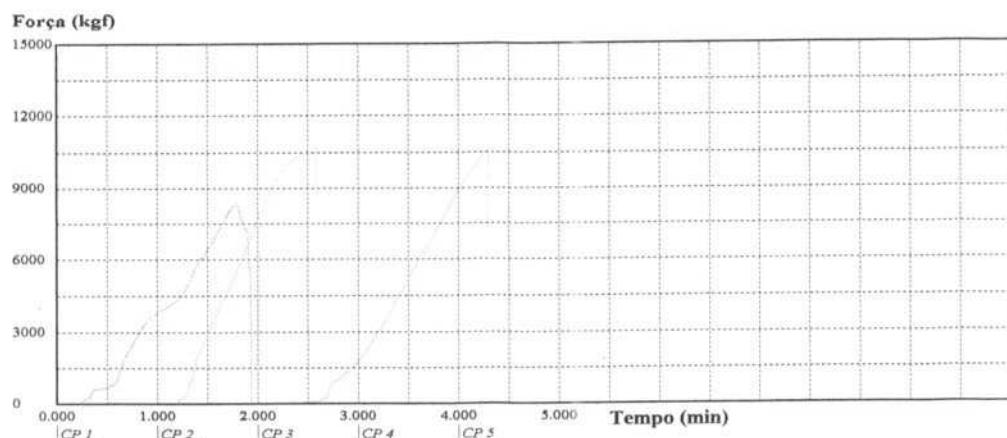
ANEXO 9 – Relatório de ensaio à compressão da mistura T100F aos 28 dias

Unama - Universidade da Amazônia Laboratório de Materiais de Construção

Relatório de Ensaio

Máquina: Emic DL30000 Célula: Trd 2 Extensômetro: - Data: 21/10/2006 Hora: 08:54:24 Trabalho n° 0056
Programa: Tesc versão 3.04 Método de Ensaio: 05 x 10
Ident. Amostra: >>>>>>>>>>>>>>>>> Compositos Cimentícios Reforçados com Fibra de Açaí: MOLD: 23/09/06

Corpo de Prova	Força @Força Max. (kgf)	Tensão @Força Max. (MPa)
CP 1	8371	41.81
CP 2	10832	54.10
CP 3	10645	53.16
Número CPs	3	3
Média	9949	49.69
Mínimo	8371	41.81
Máximo	10830	54.10



Observação: Compressão axial simples de corpos de prova cilíndricos de concreto, nas dim. 05 x 10 cm, rompido com mas de 28 dias de idade. Traço: T100F

ANEXO 10 – Relatório de ensaio à compressão da mistura T203F aos 7 dias

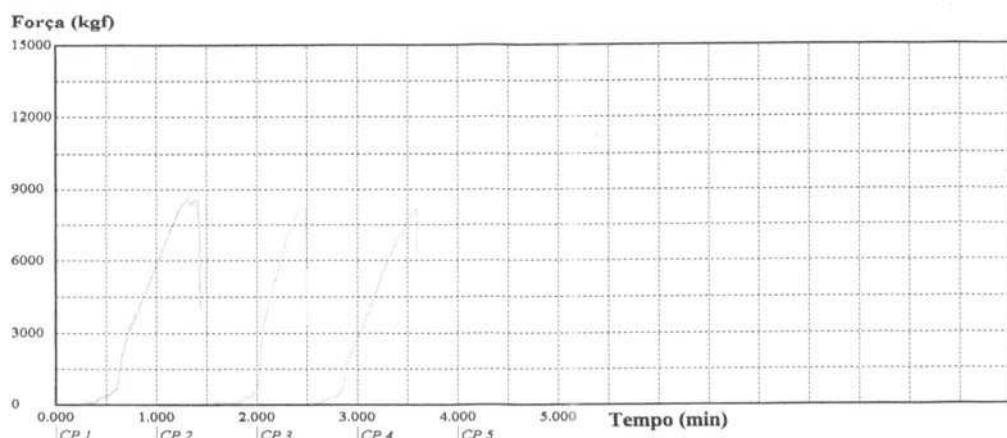
Unama - Universidade da Amazônia

Laboratório de Materiais de Construção

Relatório de Ensaio

Máquina: Emic DL30000 Célula: Trd 2 Extensómetro: - Data: 21/10/2006 Hora: 09:20:23 Trabalho n° 0046
Programa: Teste versão 3.04 Método de Ensaio: 05 x 10
Ident. Amostra: >>>>>>>>>>>>>>>>>>>>>> Compositos Cimentícios Reforçados com Fibra de Aço: MOLD: 14/10/06

Corpo de Prova	Força @Força Max. (kgf)	Tensão @Força Max. (MPa)
CP 1	8630	43.10
CP 2	8249	41.20
CP 3	8167	40.79
Número CPs	3	3
Média	8349	41.70
Mínimo	8167	40.79
Máximo	8630	43.10



Observação: Compressão axial simples de corpos de prova cilíndricos de concreto, nas dim. 05 x 10 cm, rompido com mas de 07 dias de idade. Traço: T203F

ANEXO 11 – Relatório de ensaio à compressão da mistura T203F aos 28 dias

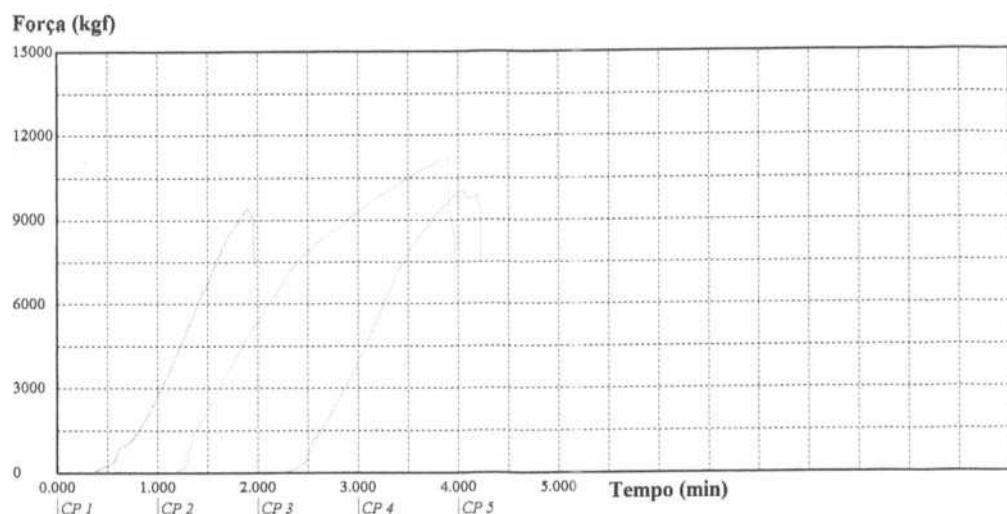
Unama - Universidade da Amazônia

Laboratório de Materiais de Construção

Relatório de Ensaio

Máquina: Emic DL30000 Célula: Trd 2 Extensômetro: - Data: 21/10/2006 Hora: 09:10:14 Trabalho nº 0057
Programa: Tesc versão 3.04 Método de Ensaio: 05 x 10
Ident. Amostra: >>>>>>>>>>>>>>>>>>>>> Compositos Cimentícios Reforçados com Fibra de Aço: MOLD: 23/09/06

Corpo de Prova	Força @Força Max. (kgf)	Tensão @Força Max. (MPa)
CP 1	9379	46.84
CP 2	11189	55.88
CP 3	10032	50.10
Número CPs	3	3
Média	10200	50.94
Mínimo	9379	46.84
Máximo	11190	55.88



Observação: Compressão axial simples de corpos de prova cilíndricos de concreto, nas dim. 05 x 10 cm, rompido com mas de 28 dias de idade. Traço: T203F

ANEXO 12 – Relatório de ensaio à compressão da mistura T304F aos 7 dias

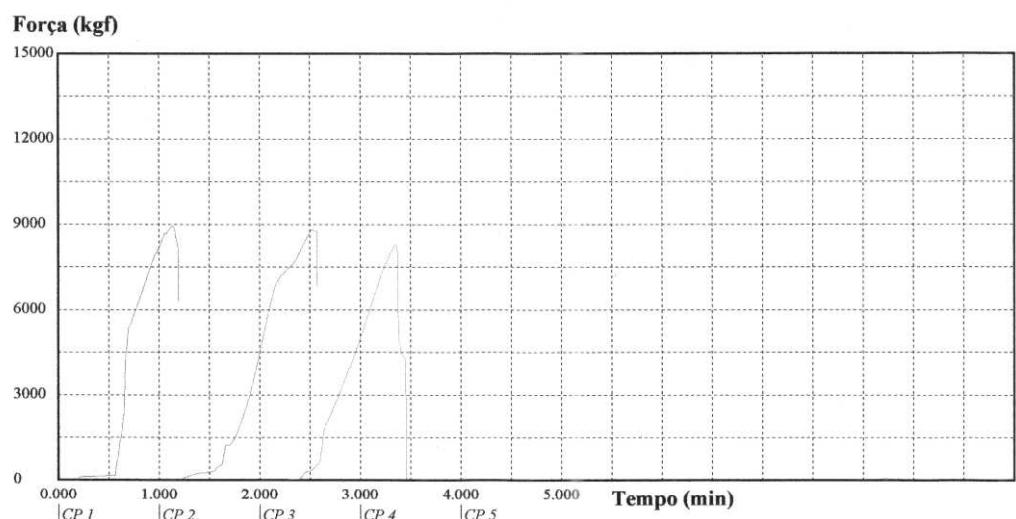
Unama - Universidade da Amazônia

Laboratório de Materiais de Construção

Relatório de Ensaio

Máquina: **Emic DL30000** Célula: **Trd 2** Extensômetro: - Data: **28/10/2006** Hora: **09:05:14** Trabalho nº **0052**
Programa: **Tesc versão 3.04** Método de Ensaio: **05 x 10**
Ident. Amostra: >>>>>>>>>>>>>>>>>>>>>> Compositos Cimentícios Reforçados com Fibra de Açaí: MOLD: **21/10/06**

Corpo de Prova	Força @Força Max. (kgf)	Tensão @Força Max. (MPa)
CP 1	8943	44.67
CP 2	8821	44.05
CP 3	8317	41.54
Número CPs	3	3
Média	8694	43.42
Mínimo	8317	41.54
Máximo	8943	44.67



Observação: Compressão axial simples de corpos de prova cilíndricos de concreto, nas dim. 05 x 10 cm, rompido com mas de 07 dias de idade. Traço: T304F

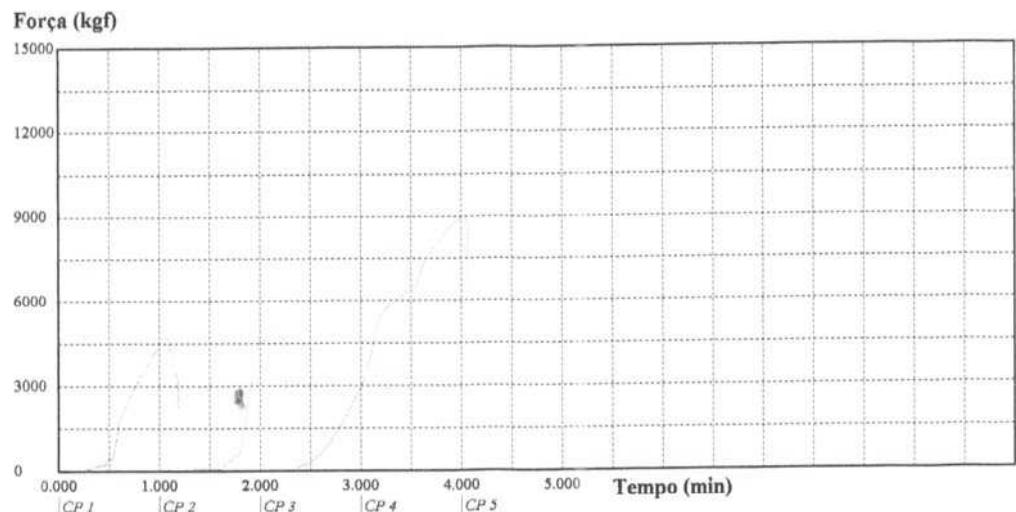
ANEXO 13 – Relatório de ensaio à compressão da mistura T304F aos 28 dias

Unama - Universidade da Amazônia
Laboratório de Materiais de Construção

Relatório de Ensaio

Máquina: Emic DL30000 Célula: Trd 2 Extensômetro: - Data: 28/10/2006 Hora: 10:28:30 Trabalho nº 0058
Programa: Tesc versão 3.04 Método de Ensaio: 05 x 10
Ident. Amostra: >>>>>>>>>>>>>>>>>>>>> Compositos Cimentícios Reforçados com Fibra de Aço: MOLO: 30/09/06

Corpo de Prova	Força @Força Max. (kgf)	Tensão @Força Max. (MPa)
CP 1	4689	23.42
CP 2	5006	25.00
CP 3	9042	45.16
Número CPs	3	3
Média	6246	31.19
Mínimo	4689	23.42
Máximo	9042	45.16



Observação: Compressão axial simples de corpos de prova cilíndricos de concreto, nas dim. 05 x 10 cm, rompido com mas de 28 dias de idade. Traço: T304F

ANEXO 14 – Relatório de ensaio à compressão da mistura T405F aos 7 dias

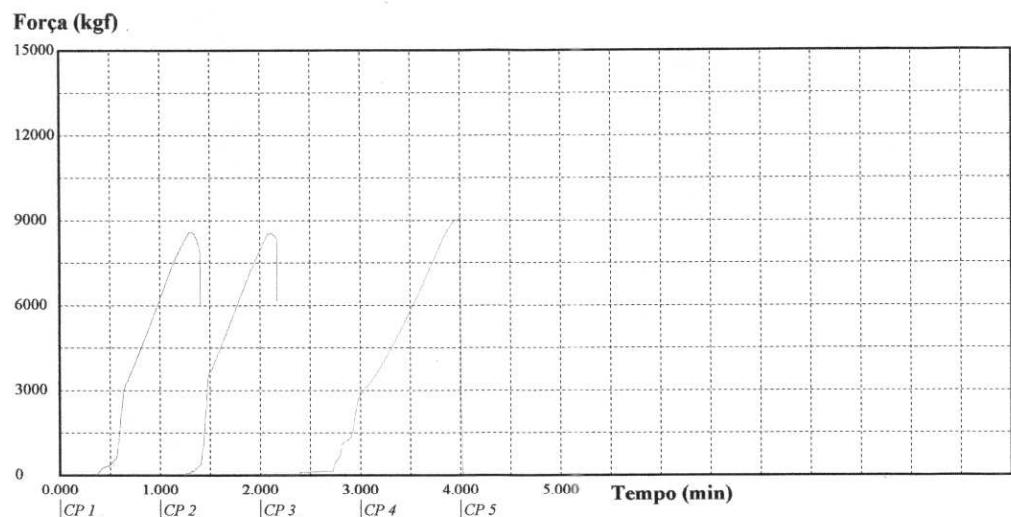
Unama - Universidade da Amazônia

Laboratório de Materiais de Construção

Relatório de Ensaio

Máquina: Emic DL30000 Célula: Trd 2 Extensômetro: - Data: 28/10/2006 Hora: 09:23:43 Trabalho nº 0053
Programa: Tesc versão 3.04 Método de Ensaio: 05 x 10
Ident. Amostra: >>>>>>>>>>>>>>>>>>>>>> Compositos Cimentícios Reforçados com Fibra de Açaí: MOLD: 21/10/06

Corpo de Prova	Força @Força Max. (kgf)	Tensão @Força Max. (MPa)
CP 1	8610	43.00
CP 2	8576	42.83
CP 3	9120	45.55
Número CPs	3	3
Média	8768	43.79
Mínimo	8576	42.83
Máximo	9120	45.55



Observação: Compressão axial simples de corpos de prova cilíndricos de concreto, nas dim. 05 x 10 cm, rompido com mas de 07 dias de idade. Traço: T405F

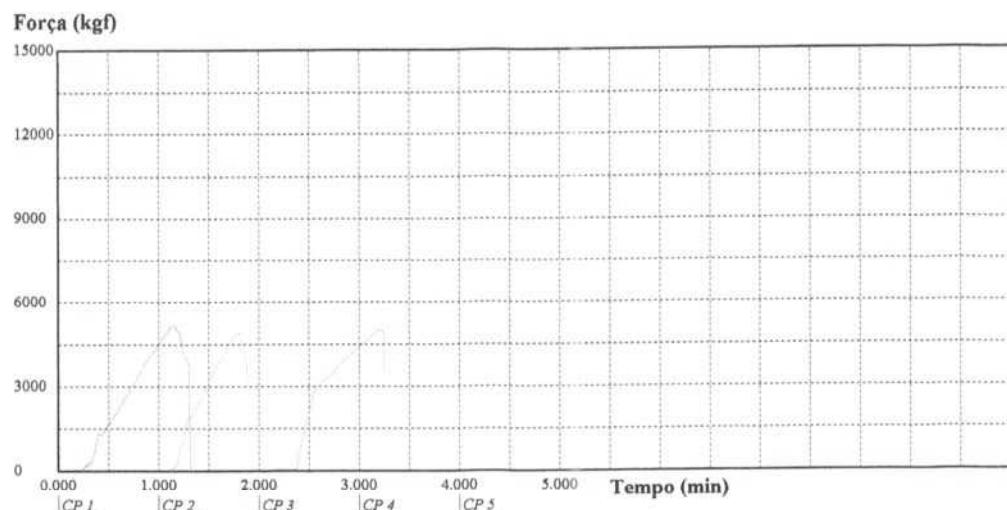
ANEXO 15 – Relatório de ensaio à compressão da mistura T405F aos 28 dias

Unama - Universidade da Amazônia Laboratório de Materiais de Construção

Relatório de Ensaio

Máquina: Emic DL30000 Célula: Trd 2 Extensômetro: - Data: 28/10/2006 Hora: 10:41:29 Trabalho nº 0059
Programa: Tesc versão 3.04 Método de Ensaio: 05 x 10
Ident. Amostra: >>>>>>>>>>>>>>>>>>> Compositos Cimentícios Reforçados com Fibra de Açaí: MOLD: 30/09/06

Corpo de Prova	Força @Força Max. (kgf)	Tensão @Força Max. (MPa)
CP 1	5230	26.12
CP 2	4883	24.39
CP 3	5013	25.04
Número CPs	3	3
Média	5042	25.18
Mínimo	4883	24.39
Máximo	5230	26.12



Observação: Compressão axial simples de corpos de prova cilíndricos de concreto, nas dim. 05 x 10 cm, rompido com mas de 28 dias de idade. Traço: T405F

ANEXO 16 – Resultado de ensaio à tração na flexão aos 7 dias, p. 1 de 2



Documento	RELATÓRIO DE ENSAIO	Número	17514/55030
Os resultados contidos neste documento têm significação restrita e aplicam-se exclusivamente ao(s) item(ns) ensaiado(s) ou calibrado(s). Este documento somente poderá ser publicado na íntegra.			

ENSAIOS DE RESISTÊNCIA À TRAÇÃO NA FLEXÃO

Cliente: UBIRAJARA MARQUES LIMA JUNIOR.
Rua General Nestor Silva Soares, nº138
91330.050 – PORTO ALEGRE – RS

Material ensaiado: treze corpos-de-prova prismáticos de pasta de cimento entregues à CIENTEC pelo Cliente, já identificados.

Solicitação do Cliente: determinação da resistência à tração na flexão.

Data de entrega dos materiais: 19 de dezembro de 2005.

Período de realização dos ensaios: de 20 a 26 de dezembro de 2005.

Métodos: analogia à ASTM C293/94.

RESULTADOS:

C.P.	Data da moldagem	Data do ensaio	Dimensões (mm)			Limite de resistência (MPa)
			b	d	l	
1	9/11/05	20/12/05	50	51	170	5,32
1			50	51	170	6,16
2			50	51	170	5,32
2			50	51	170	4,97
3			50	51	170	5,80
3			50	51	170	5,50
3			50	50	170	6,16
4	28/11/05	26/12/05	51	50	170	3,76
4			50	51	170	5,54
4			50	51	170	3,91
5			50	51	170	5,16
5			50	50	170	5,86
5			50	51	170	4,37

Spasori

1/2

Mod. 05

Rua Washington Luiz, 675 CEP 90010-460 Porto Alegre RS Brasil caixa postal 1864 CGC 92.816.685/0001-67
tel (51) 3287.2000 fax (51) 3226.0207 e-mail cientec@cientec.rs.gov.br homepage www.cientec.rs.gov.br

ANEXO 17 – Resultado de ensaio à tração na flexão aos 7 dias, p. 2 de 2



Documento	RELATÓRIO DE ENSAIO	Número	17514/55030
Os resultados contidos neste documento têm significação restrita e aplicam-se exclusivamente ao(s) item(ns) ensaiado(s) ou calibrado(s). Este documento somente poderá ser publicado na íntegra.			

Observação: o limite de resistência à tração na flexão foi determinado pela expressão:

$$f_t = \frac{3PL}{2bd^2}, \text{ onde:}$$

f_t = resistência à tração na flexão (MPa);
P = carga de ruptura (N);
L = vão livre (mm) = 150 mm;
b = largura do corpo-de-prova (mm);
d = espessura do corpo-de-prova (mm).

Porto Alegre, 05 de janeiro de 2006.

A handwritten signature in black ink, appearing to read "F. A. Piazza Recena".

Eng. Civil Fernando A. Piazza Recena, M.Sc.
Coordenador Subst. Lab. Mat. de Constr. Civil
Gerente do Dep. de Mat. de Construção Civil

A handwritten signature in black ink, appearing to read "S. Mazoni".

Eng. Civil Sergio Antonio Mazoni
Responsável Técnico – CREA – RS – nº 11716

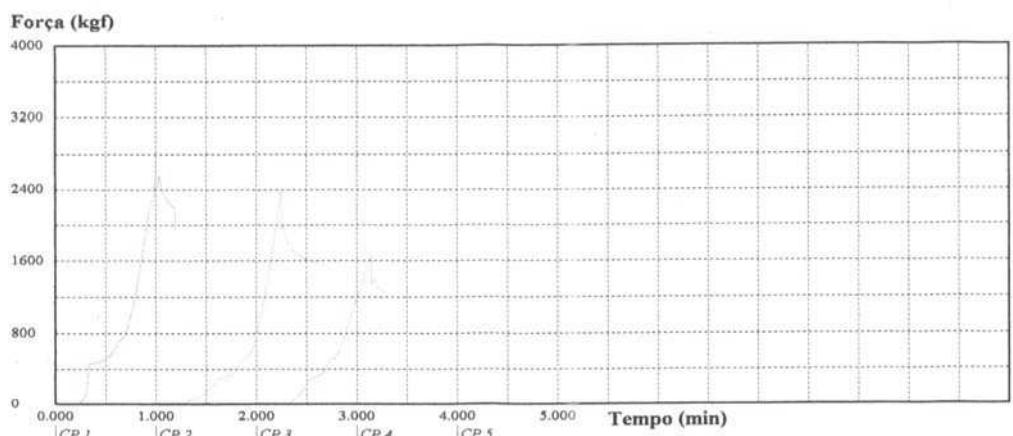
ANEXO 18 – Relatório de ensaio à tração por compressão diametral da mistura T100F aos 7 dias

Unama - Universidade da Amazônia
Laboratório de Materiais de Construção

Relatório de Ensaio

Máquina: Emic DL30000 Célula: Trd 2 Extensômetro: - Data: 21/10/2006 Hora: 09:59:31 Trabalho n° 0050
Programa: Teste versão 3.04 Método de Ensaio: 05 x 10
Ident. Amostra: >>>>>>>>>>>>>>>>>> Compositos Cimentícios Reforçados com Fibra de Aço: MOLD: 14/10/06

Corpo de Prova	Força @Força Max. (kgf)
CP 1	2590
CP 2	2392
CP 3	1654
Número CPs	3
Média	2212
Mínimo	1654
Máximo	2590



Observação: Compressão diametral de corpos de prova cilíndricos de concreto, nas dim. 05 x 10 cm, rompido com mais de 07 dias de idade. Traço: T100F

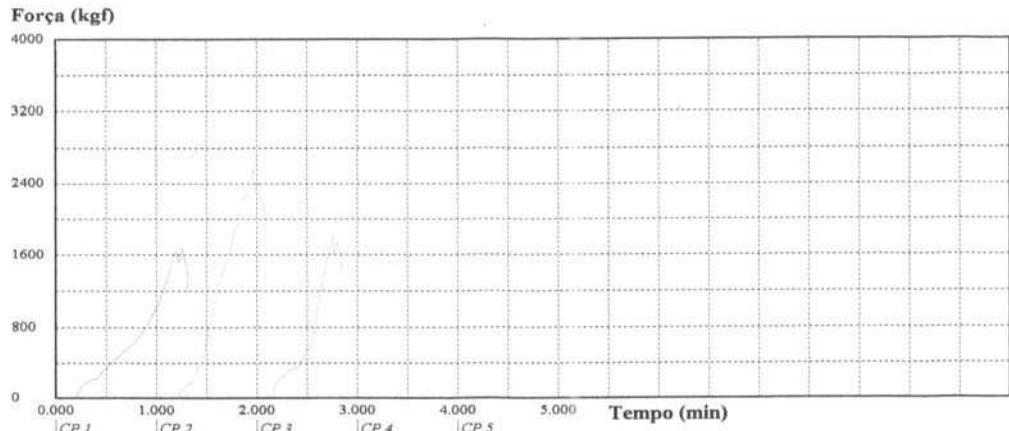
ANEXO 19 – Relatório de ensaio à tração por compressão diametral da mistura T100F aos 28 dias

Unama - Universidade da Amazônia
Laboratório de Materiais de Construção

Relatório de Ensaio

Máquina: Emic DL30000 Célula: Trd 2 Extensómetro: - Data: 21/10/2006 Hora: 15:46:56 Trabalho nº **0078**
Programa: Teste versão 3.04 Método de Ensaio: 05 x 10
Ident. Amostra: >>>>>>>>>>>>>>>>>>> Compositos Cimentícios Reforçados com Fibra de Aço: MOLD: 23/09/06

Corpo de Prova	Força @Força Max. (kgf)
CP 1	1681
CP 2	2586
CP 3	1814
Número CPs	3
Média	2027
Mínimo	1681
Máximo	2586



Observação: Compressão diametral de corpos de prova cilíndricos de concreto, nas dim. 05 x 10 cm, rompido com mas de 28 dias de idade. Traço: T100F

ANEXO 20 – Relatório de ensaio à tração por compressão diametral da mistura T203F aos 7 dias

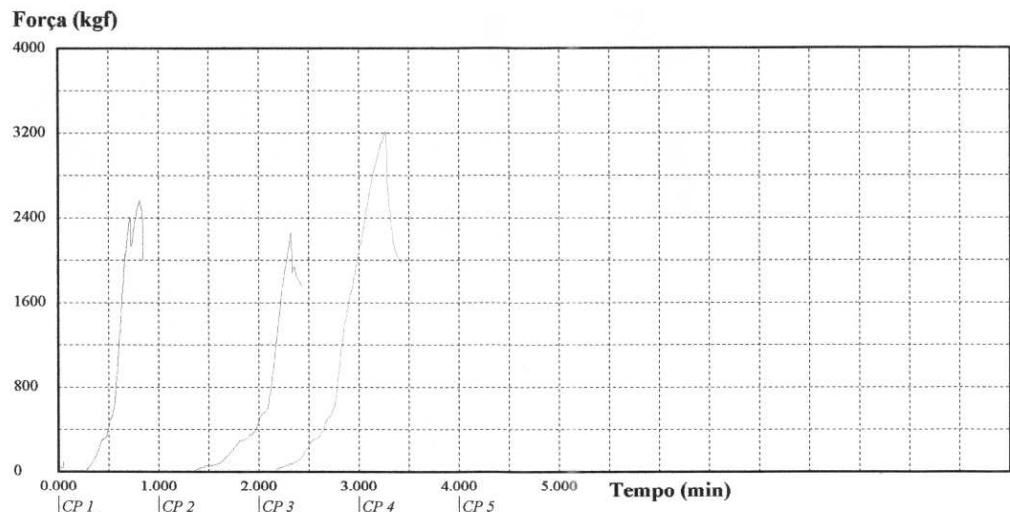
Unama - Universidade da Amazônia
Laboratório de Materiais de Construção

Relatório de Ensaio

Máquina: **Emic DL30000** Célula: **Trd 2** Extensômetro: - Data: **21/10/2006** Hora: **10:00:29** Trabalho nº **0051**
Programa: **Tesc versão 3.04** Método de Ensaio: **05 x 10**
Ident. Amostra: >>>>>>>>>>>>>>>>>>>>>>>

Compositos Cimentícios Reforçados com Fibra de Açaí: MOLD: 14/10/06

Corpo de Prova	Força @Força Max. (kgf)
CP 1	2566
CP 2	2263
CP 3	3219
Número CPs	3
Média	2683
Mínimo	2263
Máximo	3219



Observação: Compressão diametral de corpos de prova cilíndricos de concreto, nas dim. 05 x 10 cm, rompido com mas de 07 dias de idade. Traço: T203F

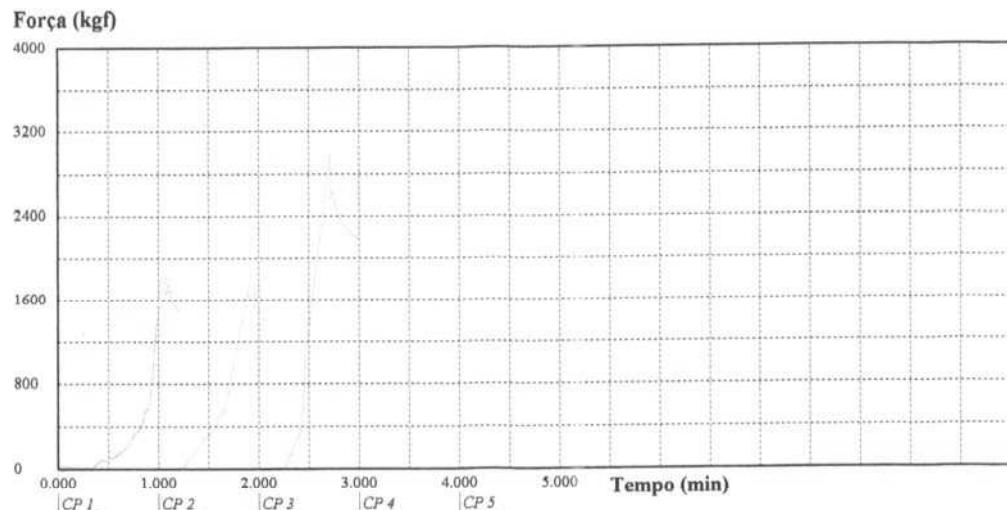
ANEXO 21 – Relatório de ensaio à tração por compressão diametral da mistura T203F aos 28 dias

Unama - Universidade da Amazônia
Laboratório de Materiais de Construção

Relatório de Ensaio

Máquina: Emic DL30000 Célula: Trd 2 Extensômetro: - Data: 21/10/2006 Hora: 16:10:40 Trabalho nº 0079
Programa: Tesc versão 3.04 Método de Ensaio: 05 x 10
Ident. Amostra: >>>>>>>>>>>>>>>>>>>>>> Compositos Cimentícios Reforçados com Fibra de Açaí: MOLD: 23/09/06

Corpo de Prova	Força Força Max. (kgf)
CP 1	2106
CP 2	1838
CP 3	3008
Número CPs	3
Média	2317
Mínimo	1838
Máximo	3008



Observação: Compressão diametral de corpos de prova cilíndricos de concreto, nas dim. 05 x 10 cm, rompido com mas de 28 dias de idade. Traço: T203F

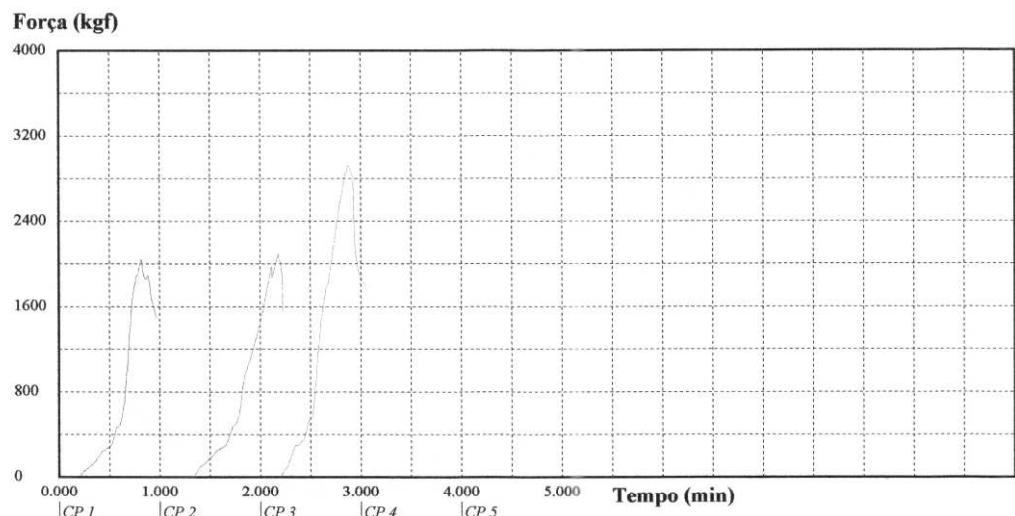
ANEXO 22 – Relatório de ensaio à tração por compressão diametral da mistura T304F aos 7 dias

Unama - Universidade da Amazônia
Laboratório de Materiais de Construção

Relatório de Ensaio

Máquina: **Emic DL30000** Célula: **Trd 2** Extensômetro: - Data: **28/10/2006** Hora: **09:42:43** Trabalho n° **0054**
Programa: **Tesc versão 3.04** Método de Ensaio: **05 x 10**
Ident. Amostra: >>>>>>>>>>>>>>>>>>>>>> Compositos Cimentícios Reforçados com Fibra de Açaí: MOLD: **21/10/06**

Corpo de Prova	Força @Força Max. (kgf)
CP 1	2045
CP 2	2096
CP 3	2927
Número CPs	3
Média	2356
Mínimo	2045
Máximo	2927



Observação: Compressão diametral de corpos de prova cilíndricos de concreto, nas dim. 05 x 10 cm, rompido com mas de 07 dias de idade. Traço: T304F

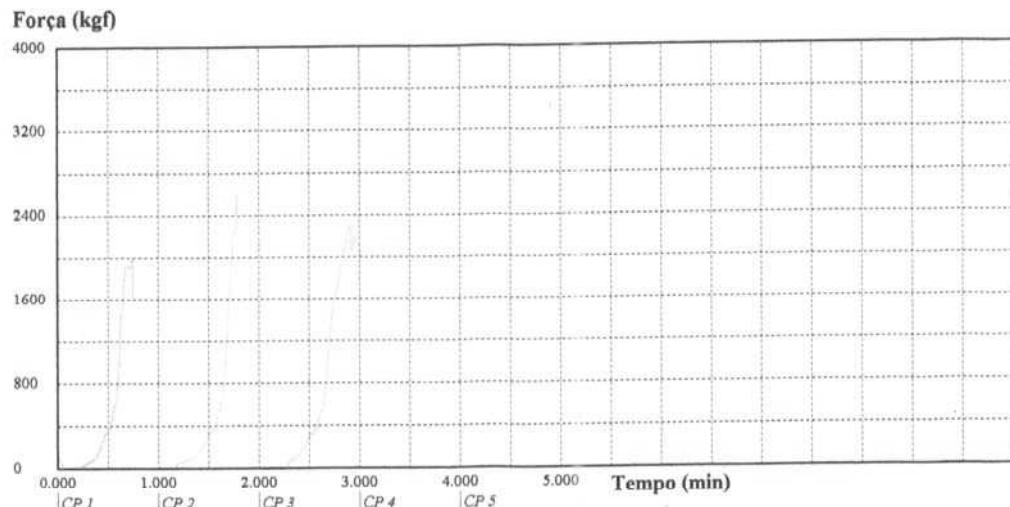
ANEXO 23 – Relatório de ensaio à tração por compressão diametral da mistura T304F aos 28 dias

Unama - Universidade da Amazônia
Laboratório de Materiais de Construção

Relatório de Ensaio

Máquina: Emic DL30000 Célula: Trd 2 Extensômetro: - Data: 28/10/2006 Hora: 10:26:38 Trabalho nº **0081**
Programa: Tesc versão 3.04 Método de Ensaio: **05 x 10**
Ident. Amostra: >>>>>>>>>>>>>>>>>>>>>> Compositos Cimentícios Reforçados com Fibra de Açaí: MOLD: 30/09/06

Corpo de Prova	Força @Força Max. (kgf)
CP 1	1991
CP 2	2610
CP 3	2300
Número CPs	3
Média	2300
Mínimo	1991
Máximo	2610



Observação: Compressão diametral de corpos de prova cilíndricos de concreto, nas dim. 05 x 10 cm, rompido com mas de 28 dias de idade. Traço: T304F

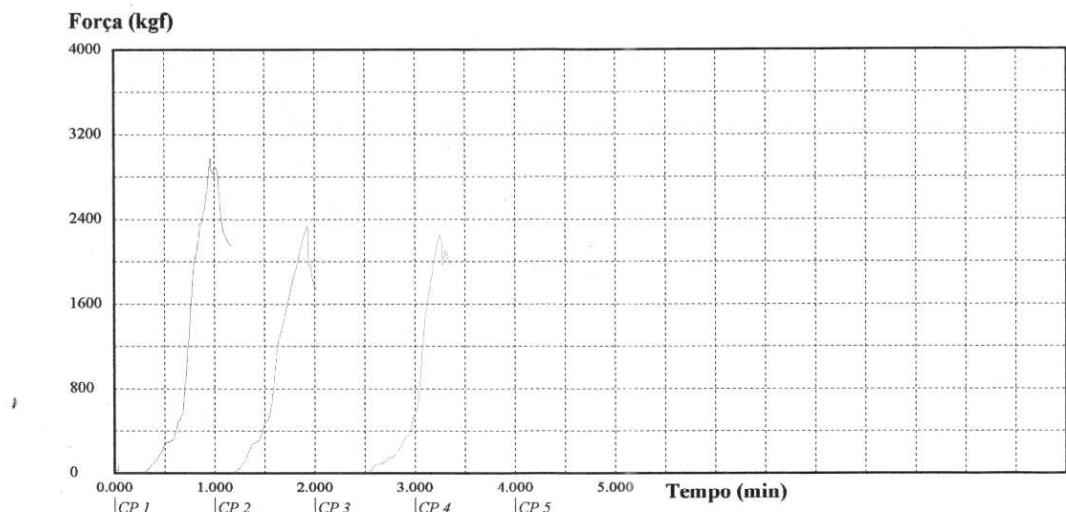
ANEXO 24 – Relatório de ensaio à tração por compressão diametral da mistura T405F aos 7 dias

Unama - Universidade da Amazônia
Laboratório de Materiais de Construção

Relatório de Ensaio

Máquina: **Emic DL30000** Célula: **Trd 2** Extensômetro: - Data: **28/10/2006** Hora: **09:44:18** Trabalho nº **0055**
Programa: **Tesc versão 3.04**
Ident. Amostra: >>>>>>>>>>>>>>>>>>>>>> Compositos Cimentícios Reforçados com Fibra de Açaí: MOLD: **21/10/06**

Corpo de Prova	Força @Força Max. (kgf)
CP 1	2978
CP 2	2331
CP 3	2260
Número CPs	3
Média	2523
Mínimo	2260
Máximo	2978



Observação: Compressão diametral de corpos de prova cilíndricos de concreto, nas dim. 05 x 10 cm, rompido com mas de 07 dias de idade. Traço: T405F

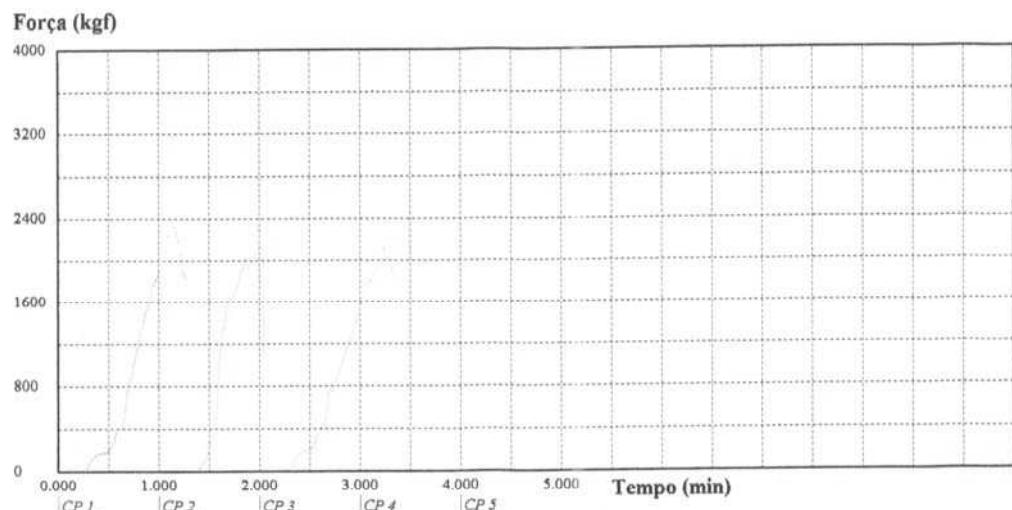
ANEXO 25 – Relatório de ensaio à tração por compressão diametral da mistura T405F aos 28 dias

Unama - Universidade da Amazônia
Laboratório de Materiais de Construção

Relatório de Ensaio

Máquina: Emic DL30000 Célula: Trd 2 Extensômetro: - Data: 28/10/2006 Hora: 10:38:37 Trabalho n° 0082
Programa: Tesc versão 3.04 Método de Ensaio: 05 x 10
Ident. Amostra: >>>>>>>>>>>>>>>>>>>>>> Compositos Cimentícios Reforçados com Fibra de Açaí: MOLD: 30/09/06

Corpo de Prova	Força @Força Max. (kgf)
CP 1	2338
CP 2	2154
CP 3	2144
Número CPs	3
Média	2212
Mínimo	2144
Máximo	2338



Observação: Compressão diametral de corpos de prova cilíndricos de concreto, nas dim. 05 x 10 cm, rompido com mas de 28 dias de idade. Traço: T405F