



Ministério da  
**Ciência, Tecnologia  
e Inovação**



sid.inpe.br/mtc-m19/2012/01.17.13.59-TDI

## **CARACTERÍSTICAS DE INFLAMABILIDADE DE MATERIAIS POLIMÉRICOS COM APLICAÇÃO NO SETOR AEROESPACIAL**

Marcos Jorge Alves Gemaque

Tese de Doutorado do Curso de  
Pós-Graduação em Engenharia e  
Tecnologia Espaciais/Combustão e  
Propulsão, orientada pelo Dr. Fer-  
nando de Souza Costa, aprovada  
em 15 de fevereiro de 2012.

URL do documento original:

<<http://urlib.net/8JMKD3MGP7W/3B7L3SE>>

INPE  
São José dos Campos  
2012

**PUBLICADO POR:**

Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais - INPE

Gabinete do Diretor (GB)

Serviço de Informação e Documentação (SID)

Caixa Postal 515 - CEP 12.245-970

São José dos Campos - SP - Brasil

Tel.:(012) 3208-6923/6921

Fax: (012) 3208-6919

E-mail: pubtc@sid.inpe.br

**CONSELHO DE EDITORAÇÃO E PRESERVAÇÃO DA PRODUÇÃO INTELLECTUAL DO INPE (RE/DIR-204):****Presidente:**

Marciana Leite Ribeiro - Serviço de Informação e Documentação (SID)

**Membros:**

Dr. Antonio Fernando Bertachini de Almeida Prado - Coordenação Engenharia e Tecnologia Espacial (ETE)

Dr<sup>a</sup> Inez Staciarini Batista - Coordenação Ciências Espaciais e Atmosféricas (CEA)

Dr. Gerald Jean Francis Banon - Coordenação Observação da Terra (OBT)

Dr. Germano de Souza Kienbaum - Centro de Tecnologias Especiais (CTE)

Dr. Manoel Alonso Gan - Centro de Previsão de Tempo e Estudos Climáticos (CPT)

Dr<sup>a</sup> Maria do Carmo de Andrade Nono - Conselho de Pós-Graduação

Dr. Plínio Carlos Alvalá - Centro de Ciência do Sistema Terrestre (CST)

**BIBLIOTECA DIGITAL:**

Dr. Gerald Jean Francis Banon - Coordenação de Observação da Terra (OBT)

**REVISÃO E NORMALIZAÇÃO DOCUMENTÁRIA:**

Marciana Leite Ribeiro - Serviço de Informação e Documentação (SID)

Yolanda Ribeiro da Silva Souza - Serviço de Informação e Documentação (SID)

**EDITORAÇÃO ELETRÔNICA:**

Vivêca Sant´Ana Lemos - Serviço de Informação e Documentação (SID)



Ministério da  
**Ciência, Tecnologia  
e Inovação**



sid.inpe.br/mtc-m19/2012/01.17.13.59-TDI

## **CARACTERÍSTICAS DE INFLAMABILIDADE DE MATERIAIS POLIMÉRICOS COM APLICAÇÃO NO SETOR AEROESPACIAL**

Marcos Jorge Alves Gemaque

Tese de Doutorado do Curso de  
Pós-Graduação em Engenharia e  
Tecnologia Espaciais/Combustão e  
Propulsão, orientada pelo Dr. Fer-  
nando de Souza Costa, aprovada  
em 15 de fevereiro de 2012.

URL do documento original:

<<http://urlib.net/8JMKD3MGP7W/3B7L3SE>>

INPE  
São José dos Campos  
2012

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)

---

Gemaque, Marcos Jorge Alves.

G284c      Características de inflamabilidade de materiais poliméricos com aplicação no setor aeroespacial / Marcos Jorge Alves Gemaque. – São José dos Campos : INPE, 2012.

1 + 445 p. ; (sid.inpe.br/mtc-m19/2012/01.17.13.59-TDI)

Tese (Combustão e Propulsão) – Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos, 2012.

Orientador : Dr. Fernando de Souza Costa.

1. inflamabilidade. 2. parafina. 3. polietileno. 4. proteção térmica. 5. calorímetro cônico. 6. propulsão híbrida. I. Título.

CDU 662.61

---


Copyright © 2012 do MCT/INPE. Nenhuma parte desta publicação pode ser reproduzida, armazenada em um sistema de recuperação, ou transmitida sob qualquer forma ou por qualquer meio, eletrônico, mecânico, fotográfico, reprográfico, de microfilmagem ou outros, sem a permissão escrita do INPE, com exceção de qualquer material fornecido especificamente com o propósito de ser entrado e executado num sistema computacional, para o uso exclusivo do leitor da obra.

Copyright © 2012 by MCT/INPE. No part of this publication may be reproduced, stored in a retrieval system, or transmitted in any form or by any means, electronic, mechanical, photocopying, recording, microfilming, or otherwise, without written permission from INPE, with the exception of any material supplied specifically for the purpose of being entered and executed on a computer system, for exclusive use of the reader of the work.

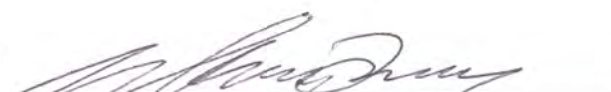
Aprovado (a) pela Banca Examinadora  
em cumprimento ao requisito exigido para  
obtenção do Título de Doutor(a) em

Engenharia e Tecnologia  
Espaciais/Combustão e Propulsão

Dr. Fernando de Souza Costa

  
Presidente / Orientador(a) / INPE / Cachoeira Paulista - SP


Dr. Wladimir Mattos da Costa Dourado

  
Membro da Banca / IAE/DCTA / São José dos Campos - SP

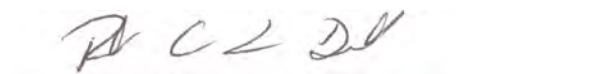
Dr. Marcio Teixeira de Mendonça

  
Membro da Banca / IAE/DCTA / SJCampos - SP

Dra. Cristiane Aparecida Martins

  
Convidado(a) / ITA/DCTA / SJCampos - SP

Dra. Rita de Cássia Lazzarini Dutra

  
Convidado(a) / IAE/DCTA / São José dos Campos - SP

Este trabalho foi aprovado por:

( ) maioria simples

☒ unanimidade

Aluno (a): Marcos Jorge Alves Gemaque

São José dos Campos, 15 de fevereiro de 2012



*"Jamais considere seus estudos como uma obrigação, mas como uma oportunidade invejável, para aprender a conhecer a influência libertadora da beleza do reino do espírito, para seu próprio prazer pessoal e para proveito da comunidade a qual seu futuro trabalho pertencer".*

*Albert Einstein*





*Dedico este trabalho a todas as pessoas que de forma direta ou indireta contribuíram para a sua execução.*



## AGRADECIMENTOS

A Deus, sempre presente.

Ao Prof. Dr. Fernando de Souza Costa, meu orientador, por todo o apoio prestado nas soluções dos problemas científicos e por ter acreditado em mim. Fica o meu mais profundo respeito e que Deus sempre lhe dê forças para enfrentar novos desafios. Parabéns pelo belíssimo trabalho que vem realizando como Chefe do Laboratório Associado de Combustão e Propulsão (LCP).

Aos Maj Brig Ar Josuá, Maj Brig Ar Robinson e Maj Brig Ar Gracza por terem concordado em liberar-me de minhas atividades funcionais, quando já pertencente ao efetivo da Universidade da Força Aérea (UNIFA), o que possibilitou meu deslocamento para Cachoeira Paulista-SP, onde realizei grande parte de minhas pesquisas necessárias à conclusão do curso.

A minha família, cuja paciência e fé me encorajaram a superar os obstáculos que outrora não seria possível.

A meus pais, Dona Francisca e seu José (*in memoriam*), que tornaram tudo isso possível, pois sempre acreditaram em mim, minha eterna gratidão

Ao Cel Av Pitrez pelo grande apoio, quando chefe da Divisão de Ensino, Pesquisa e Extensão (DEPE), pois acreditou que eu poderia terminar o meu curso e permitiu que eu me dedicasse totalmente às atividades de pesquisa. O meu muitíssimo obrigado.

À Andréa, Claudia e Lara da Subdivisão de Pesquisa e Extensão Universitária (SDPE) da UNIFA por terem me substituído nas atividades da revista científica. Isso foi fundamental para que eu pudesse me concentrar em minhas pesquisas.

A todos os professores do Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE) que me transmitiram o conhecimento científico necessário ao desenvolvimento das teorias necessárias para análise dos problemas que surgiram.

A Dra. Rita, do Instituto de Aeronáutica e Espaço (IAE), por ter cedido gentilmente amostras de proteções térmicas de motores foguetes a base de polibutadieno hidroxilado com cadeia terminada e que serviram como materiais base para desenvolvimento dos trabalhos.

Aos membros da banca, pela participação e empenho ao analisarem a tese e proporem melhorias para o trabalho final.

Aos técnicos da oficina: Chicão, Chiquinho, Alceu e Douglas. Essa equipe foi fundamental na fabricação das amostras para realização dos ensaios, cedendo, por vezes, os seus próprios materiais.

Ao Andrade, amigo, pelas inúmeras ajudas nas construções das arquiteturas necessárias para a adequada operação do calorímetro. A sua participação, ideias e sugestões foram fundamentais na execução dos inúmeros ensaios.

Ao Ely, por cada ensaio realizado, diante de seu comprometimento na condução das atividades de apoio aos pesquisadores.

À secretária Queila e à bibliotecária Cida por terem me auxiliado nas pendências administrativas e correções das referências.

Muito obrigado!

## RESUMO

Neste trabalho foram analisadas as características de inflamabilidade de alguns materiais poliméricos aplicados no setor aeroespacial: o polietileno de alta densidade, a parafina e seus compostos com corante preto, negro de fumo e nanofibra de carbono e materiais de proteções térmicas para motores-foguete, à base de polibutadieno hidroxilado. Foram determinadas as taxas de liberação de calor, a evolução e a taxa de consumo de massa, o calor de combustão, as temperaturas e as frações molares de  $CO_2$ ,  $CO$ ,  $NO_x$  e  $UHC$  emitidos por amostras de seção quadrada ( $100mm \times 100mm \times 10mm$ ) testadas em um calorímetro cônico, sob potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W, com e sem ignição externa. O calorímetro cônico foi construído com base na norma ASTM E 1354-03 que descreve um método padrão de medida das taxas de liberação de calor e da fumaça liberada, em função do consumo de oxigênio, com fluxos de calor incidente pré-definidos sobre a amostra. A parafina e seus compostos foram comparados com o polietileno de alta densidade visando aplicações em propulsão híbrida. Verificou-se que a parafina aditivada com negro de fumo e com nanofibra de carbono apresenta os maiores picos da taxa de liberação de calor e da taxa de consumo de massa. Embora a parafina tenha apresentado picos menores que os seus compostos com aditivos, ainda assim foram maiores que o do polietileno de alta densidade. Verificou-se a independência do calor total liberado com as potências de aquecimento. A formação de  $UHC$  foi mais significativa para a potência de aquecimento menor. As emissões de  $NO_x$  foram maiores para parafinas com aditivos contendo nitrogênio. As proteções térmicas foram analisadas tendo em vista aplicações no VLS e em outros foguetes brasileiros. Verificou-se que os picos da taxa de liberação de calor e da taxa de consumo de massa foram maiores para o material *LHNA 02/SC*, seguido dos materiais *LHNA 02*, *PTDT/S-AM* e *PTDT*. A diferença das formações de  $NO_x$  e de  $UHC$  para potências de 1500 W e 2100 W foram pouco significativas, mas a formação do  $UHC$  para uma mesma potência foi 5 vezes aproximadamente maior que o  $NO_x$ .



## FLAMMABILITY CHARACTERISTICS OF POLYMERIC MATERIALS WITH APPLICATION IN THE AEROSPACE SECTOR

### ABSTRACT

This work analyses the flammability characteristics of some polymeric materials used in the aerospace sector: high density polyethylene; paraffin and paraffin mixtures with black dye, carbon black and carbon nanofibers; and materials for thermal protection based on hydroxyl-terminated-polybutadiene. Heat release rates were determined, as well as mass evolution and mass consumption rates, heats of combustion, temperatures and molar fractions of  $CO_2$ ,  $CO$ ,  $NO_x$  and  $UHC$  emitted by square samples (100mm×100mm×10mm), burned in a cone calorimeter under heating powers of 1500 W and 2100 W, with and without external ignition. The cone calorimeter was built based on the ASTM E 1354-03 standard which describes a method for measurement of heat release rate and smoke release as function of oxygen consumption of a sample burned under a prescribed heat flux. Paraffin and mixtures of paraffin and additives were compared to high density polyethylene aiming applications in hybrid propulsion. It was verified that paraffin mixed with carbon black and carbon nanofibers presents the highest peaks of heat release rate and mass consumption rate. Despite paraffin presents lower peaks of heat release rate and mass consumption rate than paraffin with additives, they were higher than the peaks yielded by high density polyethylene. It was verified that the total heat release of a burned sample is independent of external heat input.  $UHC$  formation was more significant for the lower heat input.  $NO_x$  emissions were higher for paraffins with additives containing nitrogen. Materials for thermal protection were analysed aiming applications in the VLS and other Brazilian rockets. It was verified that heat release rate peaks and mass consumption rate peaks were higher for *LHNA 02/SC*, followed by *LHNA 02*, *PTDT/S-AM* and *PTDT*. Differences of  $NO_x$  and  $UHC$  emissions for power inputs of 1500 W and 2100 W were not significant, but  $UHC$  emissions were about five times larger than  $NO_x$  emissions, for the same input power.





## LISTA DE FIGURAS

	<u>Pág.</u>
Figura 1.1 - Cabine do Airbus A380. ....	3
Figura 1.2 - Teste de propagação de fogo, segundo ISO 9705: 1993.....	3
Figura 1.3 - Edifício utilizado como laboratório pela Divisão de Pesquisas em Incêndios do <i>NIST</i> . ....	5
Figura 1.4 - <i>LHNA 02</i> (a) e <i>PTDT</i> (b). ....	6
Figura 1.5 - Banco de teste de combustão híbrida da Ames - NASA.....	10
Figura 1.6 - Calorímetro <i>OSU</i> . ....	11
Figura 1.7 - Esquema de um calorímetro cônico, conforme norma ASTM E 1354-03 (2003). Todas as dimensões em <i>mm</i> . ....	12
Figura 1.8 - Teste de queima horizontal para classificação 94 HB.....	13
Figura 1.9 - Calorímetro avançado para medições de características de inflamabilidade. ....	14
Figura 1.10 - Esquema de um analisador termogravimétrico. ....	15
Figura 2.1 - Molécula de parafina. ....	32
Figura 2.2 - Molécula de polietileno. ....	36
Figura 2.3 - Molécula de <i>HTPB</i> . ....	39
Figura 3.1 - Bancada do calorímetro cônico do INPE /LCP. ....	51
Figura 3.2 - Visão esquemática do calorímetro cônico do INPE/LCP. ....	52
Figura 3.3 - Balança BG 4400. ....	53
Figura 3.4 - Placa refletora superior (a); placa refletora inferior (b); e roletes (c). ....	54
Figura 3.5 - Esquema do calorímetro cônico (medidas em <i>mm</i> ). ....	55
Figura 3.6 - Efeitos da variação da distância, $h_2$ , entre a superfície da amostra e a base do calorímetro, com respeito a distribuição de radiação térmica (fator de forma) por unidade de área ( $mm^{-2}$ ). ....	57
Figura 3.7 - Fator de forma por unidade de área ao longo da diagonal de uma placa quadrada. ....	59
Figura 3.8 - Cadinho (medidas em <i>mm</i> ). ....	61
Figura 3.9 - Resíduos de polietileno sobre a placa refletora inferior. ....	61
Figura 3.10 - Cadinho retangular. ....	62
Figura 3.11 - Evolução da massa normalizada de amostras de parafina para potência de aquecimento de 2100 <i>W</i> , sem ignição externa, com diferentes cadinhos. ....	64
Figura 3.12 - Taxa de consumo de massa de amostras de parafina para potência de aquecimento de 2100 <i>W</i> , sem ignição externa com diferentes cadinhos. ....	65
Figura 3.13 - Configuração final do cadinho retangular de aço. ....	66
Figura 3.14 - Evolução da massa normalizada de parafina com variações da espessura, potência de aquecimento de 2100 <i>W</i> e sem ignição externa. ....	67
Figura 3.15 - Taxa de consumo de parafina, potência de aquecimento de 2100 <i>W</i> e sem ignição externa. ....	67

Figura 3.16 - Visão superior do calorímetro cônico. ....	68
Figura 3.17 - Verificação do termopar da região de queima. ....	70
Figura 3.18 - Curvas experimental e média, da resistência equivalente para temperaturas médias de uma liga de <i>Nichrome</i> . ....	72
Figura 3.19 - Temperatura inferida de resistência zero do <i>Nichrome</i> . ....	73
Figura 3.20 - Esquema de controle de potência sem retroalimentação. ....	76
Figura 3.21 - Esquema de controle de potência com retroalimentação. ....	77
Figura 3.22 - Potências máximas disponíveis em função do percentual do controlador de potência. ....	79
Figura 3.23 - Medição da potência do centelhador. Tensão <i>RMS</i> (a) e corrente (b). ....	82
Figura 3.24 - Tela de retenção da coifa antes (a) e após (b) um ensaio com <i>LHNA 02</i> . ....	83
Figura 3.25 - Verificação do termopar do coletor de gases. ....	84
Figura 3.26 - Esquema do banho térmico e filtros. ....	85
Figura 3.27 - Esquema da linha de amostragem. ....	86
Figura 3.28 - Esquema do ventilador, placa de orifício e duto de exaustão ....	89
Figura 3.29 - Verificação do medidor de pressão automatizado. ....	91
Figura 3.30 - Verificação do termopar da placa de orifício. ....	92
Figura 4.1 - Linha do tempo da evolução humana. ....	95
Figura 4.2 - Resultado da medição: $RM = RB \pm IM$ . ....	98
Figura 4.3 - Tendência correspondente entre a média das indicações obtidas e o valor considerado como verdadeiro. ....	100
Figura 4.4 - Indicações corrigidas. ....	101
Figura 4.5 - Sistema de medição perfeito. ....	104
Figura 4.6 - Sistema de medição com erros aleatórios e sistemáticos. ....	105
Figura 4.7 - Sistema de medição onde é conhecido apenas o erro máximo. ....	105
Figura 4.8 - Curva de erro máximo obtida a partir de quatro pontos da sua faixa de medição. ....	106
Figura 4.9 - Pirâmide de rastreabilidade metrológica. ....	108
Figura 4.10 - Curva de erro máximo do medidor de pressão automatizado da placa de orifício. ....	114
Figura 4.11 - Erro devido ao arredondamento ocasionado pela resolução de um dispositivo digital. ....	115
Figura 4.12 - Densidade de probabilidade do erro de arredondamento, ocasionado pela resolução limitada do dispositivo mostrador digital. ....	115
Figura 4.13 - Curva de erro do termopar da placa de orifício. ....	116
Figura 4.14 - Valores das incertezas médias das grandezas de entrada $\underline{X_i}$ . ....	120
Figura 4.15 - Valores médios da taxa de liberação de calor e da incerteza expandida para 10 ensaios com <i>PEAD</i> . ....	124
Figura 4.16 - Resultado da taxa de liberação de calor de 10 ensaios com <i>PEAD</i> , seus valores médios e a respectiva incerteza expandida média. ....	125
Figura 4.17 - Taxa de liberação de calor média de 10 ensaios com <i>PEAD</i> e os respectivos valores percentuais das incertezas expandidas. ...	126

Figura 4.18 - Relação entre as incertezas de $X_{O_2}$ , $X_{CO_2}$ , $X_{CO}$ , $\Delta P$ e $T$ em função da variação de 70% do valor inicial das incertezas de $X_{O_2}$ e $\Delta P$ .....	128
Figura 4.19 - Relação entre as incertezas de $X_{O_2}$ , $X_{CO_2}$ , $X_{CO}$ , $\Delta P$ e $T$ em função da variação de 40% do valor inicial das incertezas de $X_{O_2}$ e $\Delta P$ .....	128
Figura 4.20 - Relação entre as incertezas de $X_{O_2}$ , $X_{CO_2}$ , $X_{CO}$ , $\Delta P$ e $T$ em função da variação de 10% do valor inicial das incertezas de $X_{O_2}$ e $\Delta P$ .....	129
Figura 5.1 - Placa de polietileno de alta densidade.....	139
Figura 5.2 - Cadinho (a); parafina na forma granulada (b); recipiente metálico (copo) (c); calha de aço 304 (d); e bujão de gás com maçarico (e). .....	140
Figura 5.3 - Carregamento do cadinho com amostra de parafina. ....	141
Figura 5.4 - Amostra de parafina pronta para ensaio. ....	142
Figura 5.5 - Preparação da amostra de <i>LHNA 02/SC</i> . ....	145
Figura 5.6 - Amostras de <i>LHNA 02/SC</i> (a) e <i>LHNA 02</i> (mesma coloração do <i>PTDT</i> e <i>PTDT/S-AM</i> ) (b). ....	145
Figura 6.1 - Fases de queima de uma amostra de polímero em um calorímetro cônico com base na taxa de consumo de massa.....	147
Figura 6.2 - Regiões características de queima e o comportamento de algumas grandezas para o <i>PEAD</i> , com potência de aquecimento de 2100 <i>W</i> e sem ignição externa. ....	149
Figura 6.3 - Evolução de massa durante a combustão do <i>PEAD</i> , com potência de aquecimento de 1500 <i>W</i> , com e sem ignição externa.....	163
Figura 6.4 - Evolução de massa durante a combustão do <i>PEAD</i> , com potência de aquecimento de 2100 <i>W</i> , com e sem ignição externa.....	163
Figura 6.5 - Evolução de massa normalizada durante a combustão do <i>PEAD</i> , com potência de aquecimento de 1500 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	164
Figura 6.6 - Evolução de massa normalizada durante a combustão do <i>PEAD</i> , com potência de aquecimento de 2100 <i>W</i> , com e sem ignição externa .....	164
Figura 6.7 - Temperaturas durante a combustão do <i>PEAD</i> , com potência de aquecimento de 1500 <i>W</i> , com e sem ignição externa.....	165
Figura 6.8 - Temperaturas durante a combustão do <i>PEAD</i> , com potência de aquecimento de 2100 <i>W</i> , com e sem ignição externa.....	165
Figura 6.9 - Taxa de liberação de calor, <i>HRR</i> , durante a combustão do <i>PEAD</i> , com potência de aquecimento de 1500 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	166

Figura 6.10 - Frações molares de $O_2$ , $CO_2$ e $CO$ durante a combustão do <i>PEAD</i> , com potência de aquecimento de 1500 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	166
Figura 6.11 - Frações molares de $UHC$ e $NO_x$ durante a combustão do <i>PEAD</i> , com potência de aquecimento de 1500 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	167
Figura 6.12 - Taxa de liberação de calor, <i>HRR</i> , durante a combustão do <i>PEAD</i> , com potência de aquecimento de 2100 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	167
Figura 6.13 - Frações molares de $O_2$ , $CO_2$ e $CO$ durante a combustão do <i>PEAD</i> , com potência de aquecimento de 2100 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	168
Figura 6.14 - Frações molares de $UHC$ e $NO_x$ durante a combustão do <i>PEAD</i> , com potência de aquecimento de 2100 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	168
Figura 6.15 - Taxa de consumo de massa durante a combustão do <i>PEAD</i> , com potência de aquecimento de 1500 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	169
Figura 6.16 - Taxa de consumo de massa durante a combustão do <i>PEAD</i> , com potência de aquecimento de 2100 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	169
Figura 6.17 - Pressão, vazão volumétrica e vazão mássica durante a combustão do <i>PEAD</i> , com potência de aquecimento de 1500 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	170
Figura 6.18 - Pressão, vazão volumétrica e vazão mássica durante a combustão do <i>PEAD</i> , com potência de aquecimento de 2100 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	170
Figura 6.19 - Taxa de liberação de calor, <i>HRR</i> , de amostra de <i>PEAD</i> com espessura média, com fluxo de calor externo de 49 $kW/m^2$ e sem ignição externa. Círculos: resultado experimental; linha contínua azul: simulação numérica. ....	171
Figura 6.20 - Taxa de consumo de massa de amostra de <i>PEAD</i> com espessura média, com fluxo de calor externo de 52 $kW/m^2$ e sem ignição externa. Círculos: resultado experimental; linha contínua azul: simulação numérica. ....	171
Figura 6.21 - Taxas de liberação de calor, <i>HRR</i> , de 3 amostras de <i>PEAD</i> do INPE/LCP, com potência de aquecimento de 2100 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	172
Figura 6.22 - Taxas de liberação de calor, <i>HRR</i> , de 11 amostras de <i>PEAD</i> do INPE/LCP, com potência de aquecimento de 2100 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	172
Figura 6.23 - Taxa de liberação de calor, <i>HRR</i> , e produto da taxa de consumo de massa pelo calor de combustão de amostras de <i>PEAD</i> do INPE/LCP, com potência de aquecimento de 1500 <i>W</i> e sem ignição externa. ....	173

Figura 6.24 - Taxa de liberação de calor, $HRR$ , e produto da taxa de consumo de massa pelo calor de combustão de amostras de <i>PEAD</i> do INPE/LCP, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa.....	173
Figura 6.25 - Taxas de liberação de calor, $HRR$ , de 5 amostras de Parafina, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa. ....	180
Figura 6.26 - Taxa de liberação de calor, $HRR$ , durante a combustão da Parafina, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.....	180
Figura 6.27 - Taxa de liberação de calor, $HRR$ , durante a combustão da Parafina, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.....	181
Figura 6.28 - Taxas de liberação de calor, $HRR$ , de 3 amostras de Parafina, com base no produto da taxa de consumo de massa pelo calor de combustão, $\Delta H_c$ , com potência de aquecimento de 2100 W, sem ignição externa.....	181
Figura 6.29 - Taxa de consumo de massa durante a combustão da Parafina, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa. ....	182
Figura 6.30 - Taxa de consumo de massa durante a combustão da Parafina, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa. ....	182
Figura 6.31 - Taxas de liberação de calor, $HRR$ , e produto da taxa de consumo de massa pelo calor de combustão de amostras de Parafina, com potência de aquecimento de 1500 W e sem ignição externa....	183
Figura 6.32 - Taxas de liberação de calor, $HRR$ , e produto da taxa de consumo de massa pelo calor de combustão de amostras de Parafina, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa....	183
Figura 6.33 - Evolução de massa durante a combustão da Parafina, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa. ....	184
Figura 6.34 - Evolução de massa durante a combustão da Parafina, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa. ....	184
Figura 6.35 - Evolução de massa normalizada durante a combustão da Parafina, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.....	185
Figura 6.36 - Evolução de massa normalizada durante a combustão da Parafina, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.....	185
Figura 6.37 - Frações molares de $O_2$ , $CO_2$ e $CO$ durante a combustão da Parafina, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.....	186

Figura 6.38 - Frações molares de $O_2$ , $CO_2$ e $CO$ durante a combustão da Parafina, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.....	186
Figura 6.39 - Frações molares de $UHC$ e $NO_x$ durante a combustão da Parafina, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.....	187
Figura 6.40 - Frações molares de $UHC$ e $NO_x$ durante a combustão da Parafina, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.....	187
Figura 6.41 - Temperaturas durante a combustão da Parafina, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.....	188
Figura 6.42 - Temperaturas durante a combustão da Parafina, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.....	188
Figura 6.43 - Pressão, vazão volumétrica e vazão mássica durante a combustão da Parafina, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa. ....	189
Figura 6.44 - Pressão, vazão volumétrica e vazão mássica durante a combustão da Parafina, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa. ....	189
Figura 6.45 - Taxa de liberação de calor, $HRR$ , durante a combustão dos compostos de Parafina e $PEAD$ , com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa.....	198
Figura 6.46 - Frações molares de $CO_2$ durante a combustão dos compostos de Parafina e $PEAD$ , com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa. ....	198
Figura 6.47 - Frações molares de $CO$ durante a combustão dos compostos de Parafina e $PEAD$ , com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa. ....	199
Figura 6.48 - Frações molares de $O_2$ durante a combustão dos compostos de Parafina e $PEAD$ , com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa. ....	199
Figura 6.49 - Temperatura da região de queima durante a combustão dos compostos de Parafina e $PEAD$ , com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa.....	200
Figura 6.50 - Temperatura da placa de orifício durante a combustão dos compostos de Parafina e $PEAD$ , com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa.....	200
Figura 6.51 - Pressão na placa de orifício durante a combustão dos compostos de Parafina e $PEAD$ , com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa. ....	201
Figura 6.52 - Vazão mássica na placa de orifício durante a combustão dos compostos de Parafina e $PEAD$ , com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa.....	201
Figura 6.53 - Taxa de consumo de massa durante a combustão dos compostos de Parafina e $PEAD$ , com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa. ....	202

Figura 6.54 - Frações molares de $NO_x$ durante a combustão dos compostos de Parafina e <i>PEAD</i> , com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa. ....	202
Figura 6.55 - Temperatura do anel de amostragem durante a combustão dos compostos de Parafina e <i>PEAD</i> , com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa. ....	203
Figura 6.56 - Frações molares de $UHC$ durante a combustão dos compostos de Parafina e <i>PEAD</i> , com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa. ....	203
Figura 6.57 - Evolução de massa durante a combustão dos compostos de Parafina e <i>PEAD</i> , com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa. ....	204
Figura 6.58 - Evolução de massa normalizada durante a combustão dos compostos de Parafina e <i>PEAD</i> , com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa. ....	204
Figura 6.59 - Temperaturas médias das resistências durante a combustão dos compostos de Parafina e <i>PEAD</i> , com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa. ....	205
Figura 6.60 - Vazão volumétrica na placa de orifício durante a combustão dos compostos de Parafina e <i>PEAD</i> , com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa. ....	205
Figura 6.61 - Cadinho de retangular de aço após ensaio com <i>LHNA 02/SC</i> (a) e <i>PEAD</i> ou Parafina (b). ....	223
Figura 6.62 - Taxa de liberação de calor, <i>HRR</i> , durante a combustão do <i>LHNA 02/SC</i> , com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa. ....	229
Figura 6.63 - Taxa de liberação de calor, <i>HRR</i> , durante a combustão do <i>LHNA 02/SC</i> , com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa. ....	229
Figura 6.64 - Taxa de consumo de massa durante a combustão do <i>LHNA 02/SC</i> , com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa. ....	230
Figura 6.65 - Taxa de consumo de massa durante a combustão do <i>LHNA 02/SC</i> , com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa. ....	230
Figura 6.66 - Temperaturas durante a combustão do <i>LHNA 02/SC</i> , com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa. ....	231
Figura 6.67 - Temperaturas durante a combustão do <i>LHNA 02/SC</i> , com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa. ....	231
Figura 6.68 - Frações molares de $O_2$ , $CO_2$ e $CO$ durante a combustão do <i>LHNA 02/SC</i> , com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa. ....	232

Figura 6.69 - Frações molares de $O_2$ , $CO_2$ e $CO$ durante a combustão do <i>LHNA 02/SC</i> , com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.....	232
Figura 6.70 - Frações molares de $UHC$ e $NO_x$ durante a combustão do <i>LHNA 02/SC</i> , com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.....	233
Figura 6.71 - Frações molares de $UHC$ e $NO_x$ durante a combustão do <i>LHNA 02/SC</i> , com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.....	233
Figura 6.72 - Pressão, vazão volumétrica e vazão mássica durante a combustão do <i>LHNA 02/SC</i> , com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.....	234
Figura 6.73 - Pressão, vazão volumétrica e vazão mássica durante a combustão do <i>LHNA 02/SC</i> , com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.....	234
Figura 6.74 - Evolução de massa durante a combustão do <i>LHNA 02/SC</i> , com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.....	235
Figura 6.75 - Evolução de massa durante a combustão do <i>LHNA 02/SC</i> , com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.....	235
Figura 6.76 - Evolução de massa normalizada durante a combustão do <i>LHNA 02/SC</i> , com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.....	236
Figura 6.77 - Evolução de massa normalizada durante a combustão do <i>LHNA 02/SC</i> , com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.....	236
Figura 6.78 - Massas remanescentes de amostras derivadas de <i>HTPB. LHNA 02</i> (a), <i>PTDT</i> (b) e <i>PTDT/S-AM</i> (c).....	239
Figura 6.79 - Taxa de liberação de calor, <i>HRR</i> , durante a combustão das proteções térmicas, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa.....	247
Figura 6.80 - Frações molares de $O_2$ durante a combustão das proteções térmicas, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa.....	247
Figura 6.81 - Frações molares de $CO_2$ durante a combustão das proteções térmicas, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa.....	248
Figura 6.82 - Frações molares de $CO$ durante a combustão das proteções térmicas, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa.....	248
Figura 6.83 - Taxa de consumo de massa durante a combustão das proteções térmicas, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa.....	249



Figura 6.84 - Evolução de massa durante a combustão das proteções térmicas, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa. ....	249
Figura 6.85 - Evolução de massa normalizada durante a combustão das proteções térmicas, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa. ....	250
Figura 6.86 - Frações molares de $NO_x$ durante a combustão das proteções térmicas, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa. ....	250
Figura 6.87 - Frações molares de $UHC$ durante a combustão das proteções térmicas, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa. ....	251
Figura 6.88 - Temperatura da região de queima durante a combustão das proteções térmicas, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa. ....	251
Figura 6.89 - Temperatura do anel de amostragem durante a combustão das proteções térmicas, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa. ....	252
Figura 6.90 - Temperatura da placa de orifício durante a combustão das proteções térmicas, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa. ....	252
Figura 6.91 - Temperaturas médias das resistências durante a combustão das proteções térmicas, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa. ....	253
Figura 6.92 - Pressão na placa de orifício durante a combustão das proteções térmicas, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa. ....	253
Figura 6.93 - Vazão volumétrica na placa de orifício durante a combustão das proteções térmicas, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa. ....	254
Figura 6.94 - Vazão mássica na placa de orifício durante a combustão das proteções térmicas, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa. ....	254
Figura A.1 - Esquema do sistema de coleta dos gases. ....	299
Figura A.2 - Duto de escoamento (a) e anel de amostragem (b). ....	299
Figura A.3 - Fuligem removida do interior do anel de amostragem, pela aplicação de um jato de ar na tubulação 1. ....	300
Figura A.4 - Anel de amostragem antes (a) e depois (b) da aplicação de jatos de ar. ....	300
Figura A.5 - Entrada e saída do kitassato. ....	301
Figura A.6 - Limpeza do filtro do kitassato com uma escova. ....	302
Figura A.7 - Jato de ar para limpeza do filtro do kitassato. ....	302
Figura A.8 - Lavador de gases, após um ensaio. ....	303
Figura A.9 - Lavador de gases desmontado. ....	303
Figura A.10 - Elementos do cadinho. ....	304

Figura A.11 - Placa cerâmica sobre a base do cadinho (a); placa cerâmica e papel alumínio fixados ao cadinho (b); e papel alumínio fixado a placa cerâmica.....	305
Figura A.12 - Amostra de parafina pronta para ensaio.....	305
Figura A.13 - Centralização da balança. ....	306
Figura A.14 - Posição inicial do ignitor. ....	307
Figura A.15 - Esquema de centralização do ignitor externo.....	307
Figura A.16 - Controlador da potência de ignição externa. ....	308
Figura A.17 - Placa refletora (a) e seus roletes de sustentação (b). ....	309
Figura A.18 - Amostra pronta para ser ensaiada.....	309
Figura A.19 - Inversor de frequência. ....	310
Figura A.20 - Controlador de potência ....	311
Figura A.21 - Área de trabalho do computador. ....	311
Figura A.22 - Tela de aquisição de dados de massa. ....	312
Figura A.23 - Retirada do cadinho, imediatamente após o ensaio. ....	313
Figura B.1 - Duas superfícies, $A_1$ e $A_2$ , trocando calor por radiação em posições arbitrárias.....	316
Figura B.2 - Esquema do calorímetro cônico e da superfície exposta do corpo de prova.....	318
Figura B.3 - Fator de forma de um elemento de área $dA_1$ para um elemento de área $dA_2$ .....	319
Figura C.1 - Tipos de variação da resistência elétrica com a temperatura do meio condutor. ....	323
Figura D.1 - Perfil de uma placa de orifício. ....	327
Figura D.2 - Coeficientes de vazão para uma placa de orifício. ....	329
Figura E.1 - Molécula de polímero e mero (a) e monômero (b).....	334
Figura E.2 - Ciclo de produção de polímeros a partir do petróleo. ....	335
Figura E.3 - Variação assintótica das propriedades físicas dos polímeros com respeito a sua massa molar. ....	337
Figura E.4 - Vetor momento de dipolo de uma molécula apolar(a) e polar (b). ....	339
Figura E.5 - Interação dipolo-dipolo de moléculas de PAN. ....	339
Figura E.6 - Forças de dispersão. ....	340
Figura E.7 - Pontes de hidrogênio no HF (a); $H_2O$ (b); e $NH_3$ (c). ....	341
Figura E.8 - Representação esquemática das cadeias lineares abertas.....	341
Figura E.9 - Representação esquemática das cadeias ramificadas. Arquitetura estrelada (a); Arquitetura aleatória (b); e arquitetura pente (c). ....	342
Figura E.10 - Representação esquemática de ligações cruzadas.....	343
Figura E.11 - Modelo de cristalização segundo a teoria da miscela franjada. ....	346
Figura E.12 - Modelo de cristalização segundo a teoria das cadeias dobradas. ....	347
Figura E.13 - Esquema da determinação da temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ) e da Temperatura de fusão ( $T_f$ ).....	348
Figura E.14 - Esquema da determinação da temperatura de cristalização ( $T_c$ ). ....	349

Figura E.15 - Diamante (a); Grafite (b); Carbono amorfo (c); C60 (Buckminsterfullerene) (d); e Nanotubo de carbono de parede única (e).....	355
Figura E.16 - Esquema representativo de um nanotubo de carbono (a) e uma nanofibra de carbono (b).....	356
Figura E.17 - Processo de síntese catalítico. ....	356
Figura E.18 - Detalhe da nanofibra de carbono sobre a superfície de uma amostra de feltro. ....	357
Figura G.1 - Taxa de liberação de calor, <i>HRR</i> , durante a combustão da Parafina com corante preto, com potência de aquecimento de 1500 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	375
Figura G.2 - Taxa de liberação de calor, <i>HRR</i> , durante a combustão da Parafina com corante preto, com potência de aquecimento de 2100 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	376
Figura G.3 - Taxa de consumo de massa durante a combustão da Parafina com corante preto, com potência de aquecimento de 1500 <i>W</i> , com e sem ignição externa.....	376
Figura G.4 - Taxa de consumo de massa durante a combustão da Parafina com corante preto, com potência de aquecimento de 2100 <i>W</i> , com e sem ignição externa.....	377
Figura G.5 - Evolução de massa durante a combustão da Parafina com corante preto, com potência de aquecimento de 1500 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	377
Figura G.6 - Evolução de massa durante a combustão da Parafina com corante preto, com potência de aquecimento de 2100 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	378
Figura G.7 - Evolução de massa normalizada durante a combustão da Parafina com corante preto, com potência de aquecimento de 1500 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	378
Figura G.8 - Evolução de massa normalizada durante a combustão da Parafina com corante preto, com potência de aquecimento de 2100 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	379
Figura G.9 - Frações molares de O <sub>2</sub> , CO <sub>2</sub> e CO durante a combustão da Parafina com corante preto, com potência de aquecimento de 1500 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	379
Figura G.10 - Frações molares de O <sub>2</sub> , CO <sub>2</sub> e CO durante a combustão da Parafina com corante preto, com potência de aquecimento de 2100 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	380
Figura G.11 - Frações molares de UHC e NO <sub>x</sub> durante a combustão da Parafina com corante preto, com potência de aquecimento de 1500 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	380
Figura G.12 - Frações molares de UHC e NO <sub>x</sub> durante a combustão da Parafina com corante preto, com potência de aquecimento de 2100 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	381

Figura G.13 - Temperaturas durante a combustão da Parafina com corante preto, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa. ....	381
Figura G.14 - Temperaturas durante a combustão da Parafina com corante preto, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa. ....	382
Figura G.15 - Pressão, vazão volumétrica e vazão mássica durante a combustão da Parafina com corante preto, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa. ....	382
Figura G.16 - Pressão, vazão volumétrica e vazão mássica durante a combustão da Parafina com corante preto, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa. ....	383
Figura G.17 - Taxa de liberação de calor, <i>HRR</i> , durante a combustão da Parafina com corante preto e negro de fumo, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa. ....	384
Figura G.18 - Taxa de liberação de calor, <i>HRR</i> , durante a combustão da Parafina com corante preto e negro de fumo, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa. ....	385
Figura G.19 - Taxa de consumo de massa durante a combustão da Parafina com corante preto e negro de fumo, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa. ....	385
Figura G.20 - Taxa de consumo de massa durante a combustão da Parafina com corante preto e negro de fumo, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa. ....	386
Figura G.21 - Evolução de massa durante a combustão da Parafina com corante preto e negro de fumo, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa. ....	386
Figura G.22 - Evolução de massa durante a combustão da Parafina com corante preto e negro de fumo, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa. ....	387
Figura G.23 - Evolução de massa normalizada durante a combustão da Parafina com corante preto e negro de fumo, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa. ....	387
Figura G.24 - Evolução de massa normalizada durante a combustão da Parafina com corante preto e negro de fumo, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa. ....	388
Figura G.25 - Frações molares de O <sub>2</sub> , CO <sub>2</sub> e CO no durante a combustão da Parafina com corante preto e negro de fumo, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa. ....	388
Figura G.26 - Frações molares de O <sub>2</sub> , CO <sub>2</sub> e CO durante a combustão da Parafina com corante preto e negro de fumo, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa. ....	389
Figura G.27 - Frações molares de UHC e NO <sub>x</sub> durante a combustão da Parafina com corante preto e negro de fumo, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa. ....	389

Figura G.28 - Frações molares de <i>UHC</i> e <i>NOx</i> durante a combustão da Parafina com corante preto e negro de fumo, com potência de aquecimento de 2100 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	390
Figura G.29 - Temperaturas durante a combustão da Parafina com corante preto e negro de fumo, com potência de aquecimento de 1500 <i>W</i> , com e sem ignição externa.....	390
Figura G.30 - Temperaturas durante a combustão da Parafina com corante preto e negro de fumo, com potência de aquecimento de 2100 <i>W</i> , com e sem ignição externa.....	391
Figura G.31 - Pressão, vazão volumétrica e vazão mássica durante a combustão da Parafina com corante preto e negro de fumo, com potência de aquecimento de 1500 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	391
Figura G.32 - Pressão, vazão volumétrica e vazão mássica durante a combustão da Parafina com corante preto e negro de fumo, com potência de aquecimento de 2100 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	392
Figura G.33 - Taxa de liberação de calor, <i>HRR</i> , durante a combustão da Parafina com corante preto e nanofibra de carbono, com potência de aquecimento de 1500 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	393
Figura G.34 - Taxa de liberação de calor, <i>HRR</i> , durante a combustão da Parafina com corante preto e nanofibra de carbono, com potência de aquecimento de 2100 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	394
Figura G.35 - Taxa de consumo de massa durante a combustão da Parafina com corante preto e nanofibra de carbono, com potência de aquecimento de 1500 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	394
Figura G.36 - Taxa de consumo de massa durante a combustão da Parafina com corante preto e nanofibra de carbono, com potência de aquecimento de 2100 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	395
Figura G.37 - Evolução de massa durante a combustão da Parafina com corante preto e nanofibra de carbono, com potência de aquecimento de 1500 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	395
Figura G.38 - Evolução de massa durante a combustão da Parafina com corante preto e nanofibra de carbono, com potência de aquecimento de 2100 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	396
Figura G.39 - Evolução de massa normalizada durante a combustão da Parafina com corante preto e nanofibra de carbono, com potência de aquecimento de 1500 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	396
Figura G.40 - Evolução de massa normalizada durante a combustão da Parafina com corante preto e nanofibra de carbono, com potência de aquecimento de 2100 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	397
Figura G.41 - Frações molares de <i>O<sub>2</sub></i> , <i>CO<sub>2</sub></i> e <i>CO</i> durante a combustão da Parafina com corante preto e nanofibra de carbono, com potência de aquecimento de 1500 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	397

Figura G.42 - Frações molares de $O_2$ , $CO_2$ e $CO$ durante a combustão da Parafina com corante preto e nanofibra de carbono, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa. ....	398
Figura G.43 - Frações molares de $UHC$ e $NO_x$ durante a combustão da Parafina com corante preto e nanofibra de carbono, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa. ....	398
Figura G.44 - Frações molares de $UHC$ e $NO_x$ durante a combustão da Parafina com corante preto e nanofibra de carbono, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa. ....	399
Figura G.45 - Temperaturas durante a combustão da Parafina com corante preto e nanofibra de carbono, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa. ....	399
Figura G.46 - Temperaturas durante a combustão da Parafina com corante preto e nanofibra de carbono, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa. ....	400
Figura G.47 - Pressão, vazão volumétrica e vazão mássica durante a combustão da Parafina com corante preto e nanofibra de carbono, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa. ....	400
Figura G.48 - Pressão, vazão volumétrica e vazão mássica durante a combustão da Parafina com corante preto e nanofibra de carbono, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa. ....	401
Figura G.49 - Taxa de liberação de calor, $HRR$ , durante a combustão do LHNA 02, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa. ....	402
Figura G.50 - Taxa de liberação de calor, $HRR$ , durante a combustão do LHNA 02, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa. ....	403
Figura G.51 - Taxa de consumo de massa durante a combustão do LHNA 02, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa. ....	403
Figura G.52 - Taxa de consumo de massa durante a combustão do LHNA 02, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa. ....	404
Figura G.53 - Evolução de massa durante a combustão do LHNA 02, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa. ....	404
Figura G.54 - Evolução de massa durante a combustão do LHNA 02, com potência de aquecimento de 2100 W com e sem ignição externa. ....	405
Figura G.55 - Evolução de massa normalizada durante a combustão do LHNA 02, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa. ....	405

Figura G.56 - Evolução de massa normalizada durante a combustão do <i>LHNA 02</i> , com potência de aquecimento de 2100 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	406
Figura G.57 - Frações molares de $O_2$ , $CO_2$ e $CO$ durante a combustão do <i>LHNA 02</i> , com potência de aquecimento de 1500 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	406
Figura G.58 - Frações molares de $O_2$ , $CO_2$ e $CO$ durante a combustão do <i>LHNA 02</i> , com potência de aquecimento de 2100 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	407
Figura G.59 - Frações molares de $UHC$ e $NO_x$ durante a combustão do <i>LHNA 02</i> , com potência de aquecimento de 1500 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	407
Figura G.60 - Frações molares de $UHC$ e $NO_x$ durante a combustão do <i>LHNA 02</i> , com potência de aquecimento de 2100 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	408
Figura G.61 - Temperaturas durante a combustão do <i>LHNA 02</i> , com potência de aquecimento de 1500 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	408
Figura G.62 - Temperaturas durante a combustão do <i>LHNA 02</i> , com potência de aquecimento de 2100 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	409
Figura G.63 - Pressão, vazão volumétrica e vazão mássica durante a combustão do <i>LHNA 02</i> , com potência de aquecimento de 1500 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	409
Figura G.64 - Pressão, vazão volumétrica e vazão mássica durante a combustão do <i>LHNA 02</i> , com potência de aquecimento de 2100 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	410
Figura G.65 - Taxa de liberação de calor, $HRR$ , durante a combustão do <i>PTDT</i> , com potência de aquecimento de 1500 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	411
Figura G.66 - Taxa de liberação de calor, $HRR$ , durante a combustão do <i>PTDT</i> , com potência de aquecimento de 2100 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	412
Figura G.67 - Taxa de consumo de massa durante a combustão do <i>PTDT</i> , com potência de aquecimento de 1500 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	412
Figura G.68 - Taxa de consumo de massa durante a combustão do <i>PTDT</i> , com potência de aquecimento de 2100 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	413
Figura G.69 - Evolução de massa durante a combustão do <i>PTDT</i> , com potência de aquecimento de 1500 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	413
Figura G.70 - Evolução de massa durante a combustão do <i>PTDT</i> , com potência de aquecimento de 2100 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	414
Figura G.71 - Evolução de massa normalizada durante a combustão do <i>PTDT</i> , com potência de aquecimento de 1500 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	414

Figura G.72 - Evolução de massa normalizada durante a combustão do PTDT, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa. ....	415
Figura G.73 - Frações molares de O <sub>2</sub> , CO <sub>2</sub> e CO durante a combustão do PTDT, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa. ....	415
Figura G.74 - Frações molares de O <sub>2</sub> , CO <sub>2</sub> e CO durante a combustão do PTDT, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa. ....	416
Figura G.75 - Frações molares de UHC e NO <sub>x</sub> durante a combustão do PTDT, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa. ....	416
Figura G.76 - Frações molares de UHC e NO <sub>x</sub> durante a combustão do LHNA O <sub>2</sub> , com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa. ....	417
Figura G.77 - Temperaturas durante a combustão do PTDT, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa. ....	417
Figura G.78 - Temperaturas durante a combustão do PTDT, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa. ....	418
Figura G.79 - Pressão, vazão volumétrica e vazão mássica durante a combustão do PTDT, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa. ....	418
Figura G.80 - Pressão, vazão volumétrica e vazão mássica durante a combustão do PTDT, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa. ....	419
Figura G.81 - Taxa de liberação de calor, HRR, durante a combustão do PTDT/S-AM, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa. ....	420
Figura G.82 - Taxa de liberação de calor, HRR, durante a combustão do PTDT/S-AM, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa. ....	421
Figura G.83 - Taxa de consumo de massa durante a combustão do PTDT/S-AM, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa. ....	421
Figura G.84 - Taxa de consumo de massa durante a combustão do PTDT/S-AM, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa. ....	422
Figura G.85 - Evolução de massa durante a combustão do PTDT/S-AM, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa. ....	422
Figura G.86 - Evolução de massa durante a combustão do PTDT/S-AM, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa. ....	423
Figura G.87 - Evolução de massa normalizada durante a combustão do PTDT/S-AM, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa. ....	423



Figura G.88 - Evolução de massa normalizada durante a combustão do <i>PTDT/S-AM</i> , com potência de aquecimento de 2100 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	424
Figura G.89 - Frações molares de $O_2$ , $CO_2$ e $CO$ durante a combustão do <i>PTDT/S-AM</i> , com potência de aquecimento de 1500 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	424
Figura G.90 - Frações molares de $O_2$ , $CO_2$ e $CO$ durante a combustão do <i>PTDT/S-AM</i> , com potência de aquecimento de 2100 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	425
Figura G.91 - Frações molares de $UHC$ e $NO_x$ durante a combustão do <i>PTDT/S-AM</i> , com potência de aquecimento de 1500 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	425
Figura G.92 - Frações molares de $UHC$ e $NO_x$ durante a combustão do <i>PTDT/S-AM</i> , com potência de aquecimento de 2100 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	426
Figura G.93 - Temperaturas durante a combustão do <i>PTDT/S-AM</i> , com potência de aquecimento de 1500 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	426
Figura G.94 - Temperaturas durante a combustão do <i>PTDT/S-AM</i> , com potência de aquecimento de 2100 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	427
Figura G.95 - Pressão, vazão volumétrica e vazão mássica durante a combustão do <i>PTDT/S-AM</i> , com potência de aquecimento de 1500 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	427
Figura G.96 - Pressão, vazão volumétrica e vazão mássica no durante a combustão do <i>PTDT/S-AM</i> , com potência de aquecimento de 2100 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	428



## LISTA DE TABELAS

	<u>Pág.</u>
Tabela 1.1 - Centros mundiais de pesquisa de incêndios e de engenharia de segurança contra incêndios.....	5
Tabela 2.1 - Entalpias de sublimação de algumas parafinas. ....	35
Tabela 3.1 - Efeitos da variação da distância $h_2$ sobre o fator de forma total entre o cone aquecedor e a superfície da amostra de lado igual a 100 mm. ....	56
Tabela 3.2 - Efeitos da variação do lado $l$ da seção quadrada da amostra sobre o fator de forma total entre o cone aquecedor e a superfície da amostra, para $h_2 = 25$ mm. ....	56
Tabela 3.3 - Efeitos da variação da distância $h_2$ e do lado $l$ da amostra sobre o fator de forma total entre o calorímetro cônico e amostra de área quadrada. ....	58
Tabela 3.4 - Variação da resistência com a temperatura. ....	71
Tabela 3.5 - Resultados das medições das temperaturas em função do percentual do controlador de potência. ....	79
Tabela 3.6 - Faixas de operação e erros máximos, com respeito aos valores de fundo de escala dos gases de exaustão. ....	87
Tabela 3.7 - Dados técnicos da placa de orifício.....	88
Tabela 3.8 - Resultados das velocidades do ar à jusante da placa de orifício. ....	89
Tabela 4.1 - Grandezas envolvidas na medição da taxa de liberação de calor do polietileno de alta densidade. ....	113
Tabela 4.2 - Resultados médios das correlações de 10 amostras de polietileno de alta densidade. ....	118
Tabela 4.3 - Resultados das incertezas expandidas dos picos das taxas de liberação de calor dos materiais poliméricos, para potência de aquecimento de 1500 W e 2100 W, com e sem ignição externa. ....	130
Tabela 5.1 - Resultados da massa fundida inicial e da massa final da amostra de parafina e corante preto. ....	142
Tabela 5.2 - Resultados da massa fundida inicial e da massa final da amostra de parafina, corante preto e negro de fumo, proporcional as suas quantidades totais de um grão utilizado em propulsão híbrida. ....	143
Tabela 5.3 - Resultados da massa fundida inicial e da massa final da amostra de parafina, corante preto e nanofibra de carbono, proporcional as suas quantidades totais de um grão utilizado em propulsão híbrida. ....	144
Tabela 6.1 - Atraso das medidas da taxa de liberação de calor e seus gases constituintes com respeito ao tempo de auto-ignição, para todos os compostos analisados e potência de aquecimento de 2100 W. ....	152

Tabela 6.2 - Resultados dos picos das taxas de liberação de calor média de amostras de <i>PEAD</i> , para potências de aquecimento de 1500 <i>W</i> e 2100 <i>W</i> e sem ignição externa. ....	158
Tabela 6.3 - Frações molares mínimas de $O_2$ e picos de $CO_2$ e $CO$ , para potências de aquecimento de 1500 <i>W</i> e 2100 <i>W</i> e sem ignição externa. ....	158
Tabela 6.4 - Resultados dos calores total liberado de <i>PEAD</i> , potências de aquecimento de 1500 <i>W</i> e 2100 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	160
Tabela 6.5 - Resultados dos picos e das taxas de liberação de calor média de amostras de Parafina, para potências de aquecimento de 1500 <i>W</i> e 2100 <i>W</i> e sem ignição externa. ....	175
Tabela 6.6 - Calor total liberado durante a queima de Parafina, para potências de aquecimento de 1500 <i>W</i> e 2100 <i>W</i> , com e sem ignição externa. ....	175
Tabela 6.7 - Valores máximos e mínimos, tempos característicos e classificação das características de inflamabilidade dos compostos de Parafina e <i>PEAD</i> , com potência de aquecimento de 2100 <i>W</i> e sem ignição externa. ....	206
Tabela 6.8 - Variações percentuais dos picos da taxa de liberação de calor e da taxa de consumo de massa dos compostos de Parafina com respeito ao <i>PEAD</i> , com potência de aquecimento de 2100 <i>W</i> e sem ignição externa. ....	208
Tabela 6.9 - Principais características de inflamabilidade da Parafina, para potências de aquecimento de 1500 <i>W</i> e 2100 <i>W</i> e sem ignição externa. ....	209
Tabela 6.10 - Principais características de inflamabilidade da Parafina aditivada com corante preto, para potências de aquecimento de 1500 <i>W</i> e 2100 <i>W</i> e sem ignição externa. ....	211
Tabela 6.11 - Principais características de inflamabilidade da Parafina aditivada com corante preto e negro de fumo, para potências de aquecimento de 1500 <i>W</i> e 2100 <i>W</i> e sem ignição externa. ....	213
Tabela 6.12 - Principais características de inflamabilidade da Parafina aditivada com corante preto e nanofibra de carbono, para potências de aquecimento de 1500 <i>W</i> e 2100 <i>W</i> e sem ignição externa. ....	215
Tabela 6.13 - Principais características de inflamabilidade do <i>PEAD</i> , para potências de aquecimento de 1500 <i>W</i> e 2100 <i>W</i> e sem ignição externa. ....	217
Tabela 6.14 - Resultados das taxas de liberação de calor média nos ensaios dos compostos de Parafina e <i>PEAD</i> , para potências de aquecimento de 1500 <i>W</i> e 2100 <i>W</i> e sem ignição externa. ....	219
Tabela 6.15 - Resultados dos calores totais liberado nos ensaios dos compostos de Parafina e <i>PEAD</i> , para potências de aquecimento de 1500 <i>W</i> e 2100 <i>W</i> e sem ignição externa. ....	219

Tabela 6.16 - Resultados da soma das frações molares de $O_2$ consumido nos ensaios dos compostos de Parafina e <i>PEAD</i> , para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W e sem ignição externa. ....	220
Tabela 6.17 - Resultados da soma das frações molares de $CO_2$ formado nos ensaios dos compostos de Parafina e <i>PEAD</i> , para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W e sem ignição externa. ....	220
Tabela 6.18 - Resultados da soma das frações molares de $CO$ formado nos ensaios dos compostos de Parafina e <i>PEAD</i> , para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W e sem ignição externa. ....	221
Tabela 6.19 - Resultados da soma das frações molares de $NO_x$ formado nos ensaios dos compostos de Parafina e <i>PEAD</i> , para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W e sem ignição externa. ....	221
Tabela 6.20 - Resultados da soma das frações molares de <i>UHC</i> formado nos ensaios dos compostos de Parafina e <i>PEAD</i> , para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W e sem ignição externa. ....	222
Tabela 6.21 - Resultados das taxas de liberação de calor média, para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W, com e sem ignição externa. ....	226
Tabela 6.22 - Resultados dos calores totais liberado do <i>LHNA 02/SC</i> , para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W, com e sem ignição externa. ....	227
Tabela 6.23 - Resultados dos valores totais das frações molares de $NO_x$ e <i>UHC</i> , para potências de aquecimento de 1500 W 2100 W e sem ignição externa. ....	228
Tabela 6.24 - Valores percentuais dos componentes das proteções térmicas. ....	238
Tabela 6.25 - Massas iniciais e remanescentes dos materiais derivados de <i>HTPB</i> , com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa. ....	239
Tabela 6.26 - Comparação dos picos das taxas de liberação de calor das proteções térmicas, para potências de aquecimento de 1500 W 2100 W e sem ignição externa. ....	241
Tabela 6.27 - Resultados das taxas de liberação de calor média das proteções térmicas, com chama, para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W e sem ignição externa. ....	243
Tabela 6.28 - Resultados das taxas de liberação de calor média das proteções térmicas, sem chama, no intervalo de 2 minutos, para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W e sem ignição externa. ....	244
Tabela 6.29 - Resultados dos calores totais liberado das proteções térmicas, com chama, para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W e sem ignição externa. ....	245
Tabela 6.30 - Resultados dos calores totais liberado das proteções térmicas, sem chama, no intervalo de 2 minutos, para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W e sem ignição externa. ....	245
Tabela 6.31 - Valores máximos e mínimos, tempos característicos e classificação das características de inflamabilidade das proteções	

	térmicas, com potência de aquecimento de 2100 <i>W</i> e sem ignição externa. ....	255
Tabela 6.32 -	Principais características de inflamabilidade do <i>LHNA 02/SC</i> , para potências de aquecimento de 1500 <i>W</i> e 2100 <i>W</i> e sem ignição externa. ....	257
Tabela 6.33 -	Principais características de inflamabilidade do <i>LHNA 02</i> , para potências de aquecimento de 1500 <i>W</i> e 2100 <i>W</i> e sem ignição externa. ....	259
Tabela 6.34 -	Principais características de inflamabilidade do <i>PTDT</i> , para potências de aquecimento de 1500 <i>W</i> e 2100 <i>W</i> e sem ignição externa. ....	261
Tabela 6.35 -	Principais características de inflamabilidade do <i>PTDT/S-AM</i> , para potências de aquecimento de 1500 <i>W</i> e 2100 <i>W</i> e sem ignição externa. ....	263
Tabela 6.36 -	Resultados da soma das frações molares de $O_2$ consumido nos ensaios com proteções térmicas, para potências de aquecimento de 1500 <i>W</i> e 2100 <i>W</i> e sem ignição externa. ....	265
Tabela 6.37 -	Resultados da soma das frações molares de $CO_2$ formado nos ensaios com proteções térmicas, para potências de aquecimento de 1500 <i>W</i> e 2100 <i>W</i> e sem ignição externa. ....	265
Tabela 6.38 -	Resultados da soma das frações molares de $CO$ formado das proteções térmicas, para potências de aquecimento de 1500 <i>W</i> e 2100 <i>W</i> e sem ignição externa. ....	266
Tabela 6.39 -	Resultados da soma das frações molares de $NO_x$ formado nos ensaios com proteções térmicas, para potências de aquecimento de 1500 <i>W</i> e 2100 <i>W</i> e sem ignição externa. ....	266
Tabela 6.40 -	Resultados da soma das frações molares de <i>UHC</i> formado nos ensaios com proteções térmicas, para potências de aquecimento de 1500 <i>W</i> e 2100 <i>W</i> e sem ignição externa. ....	267
Tabela C.1 -	Temperatura inferida de resistência zero de materiais condutores. ....	325
Tabela D.1 -	Propriedades das espécies resultantes do processo de combustão. ....	331
Tabela F.1 -	Lista de ensaios realizados. ....	359

## LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

AM	Amianto
BIPM	Escritório Internacional de Pesos e Medidas
CA	Corrente alternada
CC	Corrente contínua
CFD	Dinâmica dos Fluidos Computacional
CP	Corante em pó preto
CTL	Calor total liberado
DBF	Plastificante dibutilftalato
DCTA	Departamento de Ciência e Tecnologia Aeroespacial
FAA	Administração da Aviação Federal
GP	Grau de polimerização
HRR	Taxa de liberação de calor
HTPB	Polibutadieno hidroxilado com cadeia terminada
IAE	Instituto de Aeronáutica e Espaço
IM	Incerteza da medição
INPE	Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais
LCP	Laboratório Associado de Combustão e Propulsão
LHNA 02	Proteção térmica com carga
LHNA 02/SC	Proteção térmica sem carga
LNM	Laboratório Nacional de Metrologia
NASA	Agencia Espacial Americana
NBS	Escritório Nacional de Padrões

NF	Negro de fumo
NFC	Nanofibra de carbono
NIST	Instituto Nacional de Padrões e Tecnologia
NTC	Nanotubo de carbono
PA	Perclorato de amônia
PCI	Poder calorífico inferior
PCS	Poder calorífico superior
PE	Polietileno
PEAD	Polietileno de alta densidade
PEBD	Polietileno de baixa densidade
PI	Procedimento Interno
PMMA	Polimetilmetacrilato
PS	Poliestireno
PSAI	Poliestireno de alto impacto
PT	Proteções térmicas
PTDT	Proteção térmica com amianto
PTDT/S-AM	Proteção térmica sem amianto
RB	Resultado base
RM	Resultado da medição
RMS	Raiz média quadrada
TDI	Toluenodiisocianato
UHC	Hidrocarboneto não queimado
VC	Volume de Controle
VLS	Veículo lançador de satélite



VVC

Valor verdadeiro convencional



## LISTA DE SÍMBOLOS

### Latinos

$A$	Área, $m^2$
$\text{\AA}$	Angstrom, $10^{-10} m$
$C$	Constante de calibração
$C_n$	Número de Sutherland
$d_0$	Diâmetro da placa de orifício, $m$
$d_1$	Diâmetro do duto montante à placa de orifício, $m$
$\Delta H_c$	Calor de combustão, $J/kg$
$E$	Energia liberada por $kg$ de oxigênio consumido, $kW/kg$ de $O_2$
$f$	Funcionalidade de uma molécula, adimensional
$f^*$	Frequência da onda senoidal, $Hz$
$F$	Fator de forma, adimensional
$G$	Estimativa da grandeza de saída
$h$	Constante de Planck, $J s$
$h_2$	Distância entre a placa quadrada da amostra e a base do calorímetro cônico, $mm$
$h_4$	Distância entre a placa quadrada da amostra e o topo do calorímetro cônico, $mm$
$\bar{h}_{RP}$	Entalpia de combustão (entalpia molar de combustão), $kJ/kmol$ <i>comb</i>
$\bar{h}_{RP}^0$	Entalpia padrão de combustão, $kJ/kmol$ <i>comb</i>
$l$	Lado da placa quadrada da amostra, $mm$

$M_{ar}$	Massa molar do ar a 25 °C, $g/gmol$
$\dot{n}_i$	Taxa molar da espécie i, $mol/s$
$\dot{q}$	Taxa de liberação de calor, $kW/m^2$
$r$	Raio genérico da base e topo do calorímetro cônico, $mm$
$R_2$	Raio da base do calorímetro cônico, $mm$
$R_4$	Raio do topo do calorímetro cônico, $mm$
$R_e$	Número de Reynolds, adimensional
$R_{0(exp)}$	Resistência inicial experimental, $\Omega$
$R_{0(média)}$	Resistência inicial média, $\Omega$
$R_{média}$	Resistência final média, $\Omega$
$s$	Distância entre os elementos de área da placa quadrada e o elemento de área do anel, $mm$
$T$	Temperatura termodinâmica, $K$
$T_c$	Temperatura crítica, $K$
$T_f$	Temperatura de fusão, °C
$T_g$	Temperatura de transição vítrea, °C
$T_i$	Temperatura inferida, °C
$U$	Incerteza expandida
$u_c$	Incerteza combinada
$V$	Vazão volumétrica genérica, $m^3/s$
$v^*$	Amplitude da onda senoidal, $V$

$\dot{V}_e$	Vazão volumétrica de ar total na entrada do calorímetro, $m^3/s$
$\dot{V}_s$	Vazão volumétrica dos gases de exaustão, $m^3/s$
$X_i$	Estimativa das grandezas de entrada

## Gregos

$\alpha$	Ângulo entre o eixo de simetria e a superfície do cilindro, graus
$\alpha^*$	Absortividade, adimensional
$\beta$	Razão entre os raios $d_0$ e $d_1$
$\Gamma$	Função gama
$\varepsilon$	Emissividade, adimensional
$\theta$	Ângulo medido entre as normais dos elementos de área e o segmento de reta que liga os seus centros, <i>graus</i>
$\lambda$	Parcela de oxigênio original consumido na oxidação de CO em CO <sub>2</sub> , adimensional
$\mu_1$	Viscosidade absoluta, $kg/(m\ s)$ ou 10 <i>poise</i>
$\mu_2$	Média
$\vec{\mu}$	Vetor momento de dipolo
$\nu_1$	Frequência, <i>Hz</i>
$\nu^*$	Graus de liberdade
$\nu_2$	Viscosidade cinemática, $m^2/s$ ou $10^4$ <i>stokes</i>
$\rho$	Refletividade. Adimensional
$\rho_0$	Massa específica do ar a 25 °C, $g/cm^3$
$\sigma_1$	Constante de Stefan-Boltzmann, $W/(m^2\ K^4)$
$\sigma_2$	Desvio-padrão

$\tau$	Transmissividade, adimensional
$\phi$	Depleção de $O_2$ , adimensional
$\phi_v$	Ângulo de fase
$\emptyset$	Diâmetro, <i>mm</i>

### **Índices Inferiores**

1	Corpo 1
2	Corpo 2
3	Corpo 3

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO .....</b>	<b>1</b>
1.1 Contextualização e aplicação .....	1
1.2 Revisão da literatura.....	16
1.3 Objetivos do trabalho.....	20
1.4 Organização dos Capítulos .....	21
<b>2 TAXA DE LIBERAÇÃO DE CALOR.....</b>	<b>25</b>
2.1 Definições e considerações.....	25
2.2 Determinação teórica do calor liberado por unidade de massa de oxigênio consumido .....	28
2.2.1 Calor liberado por <i>kg</i> de $O_2$ consumido durante a queima de parafina ..	32
2.2.2 Calor liberado por <i>kg</i> de $O_2$ consumido durante a queima de polietileno	35
2.2.3 Calor liberado por <i>kg</i> de $O_2$ consumido durante a queima de <i>HTPB</i> .....	39
2.3 Determinação da taxa de liberação de calor .....	42
2.3.1 Estimativa da taxa de liberação de calor .....	42
2.3.2 Depleção de $O_2$ em uma combustão incompleta .....	48
<b>3 CARACTERÍSTICAS TÉCNICAS E OPERACIONAIS DO CALORÍMETRO CÔNICO.....</b>	<b>51</b>
3.1 Considerações iniciais.....	51
3.2 Balança .....	53
3.3 Placas refletoras.....	53
3.4 Fator de forma.....	54
3.5 Cadinho .....	60
3.6 O cone aquecedor .....	68
3.7 Resistência elétrica .....	70
3.8 Sistema de controle de potência do calorímetro .....	73
3.9 Ignitor externo .....	80
3.10 Coifa .....	82
3.11 Sistema de aquisição de gases.....	83
3.12 Placa de orifício .....	87

3.13	Medidores de pressão da placa de orifício .....	90
3.14	Termopar da placa de orifício .....	91
3.15	Ventilador .....	92
3.16	Sistema de aquisição de dados .....	92
<b>4</b>	<b>INCERTEZA DA MEDIÇÃO DA TAXA DE LIBERAÇÃO DE CALOR .....</b>	<b>95</b>
4.1	A evolução da metrologia .....	95
4.2	O erro e a incerteza de medição .....	97
4.3	Calibração do sistema de medição .....	106
4.4	Medições diretas e indiretas .....	109
4.5	Procedimento de avaliação da incerteza da medição da taxa de liberação de calor ( <i>HRR</i> ) para 10 amostras de <i>PEAD</i> .....	112
4.5.1	Identificação das grandezas de entrada .....	113
4.5.2	Expressão matemática entre o mensurando $\dot{q}''$ e as grandezas de entrada .....	116
4.5.3	Análise da correlação entre as grandezas de entrada .....	117
4.5.4	Coeficientes de sensibilidade associado às grandezas de entrada .....	118
4.5.5	Determinação da incerteza combinada .....	120
4.5.6	Determinação do número de graus de liberdade efetivos .....	122
4.5.7	Determinação da incerteza expandida .....	123
4.5.8	Análise das variações dos níveis de incerteza .....	125
4.6	Incertezas expandidas dos picos da <i>HRR</i> dos materiais ensaiados ....	129
<b>5</b>	<b>METODOLOGIA .....</b>	<b>131</b>
5.1	Propriedades dos materiais .....	131
5.1.1	Polietileno de alta densidade .....	131
5.1.2	Parafina .....	132
5.1.3	Corante preto .....	132
5.1.4	Negro de fumo .....	133
5.1.5	Nanofibra de carbono .....	133
5.1.6	Proteções térmicas .....	134
5.2	Seleção das amostras e ensaios .....	137
5.3	Realização dos ensaios .....	138



5.4	Preparação das amostras .....	139
5.4.1	Polietileno de alta densidade.....	139
5.4.2	Parafina sem aditivo .....	140
5.4.3	Parafina e corante preto .....	142
5.4.4	Parafina com corante preto e negro de fumo .....	143
5.4.5	Parafina com corante preto e nanofibra de carbono .....	143
5.4.6	Proteções térmicas.....	144
<b>6</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÕES.....</b>	<b>147</b>
6.1	Considerações iniciais.....	147
6.2	Resultados experimentais das características de inflamabilidade do polietileno de alta densidade ( <i>PEAD</i> ), com potências de aquecimento de 1500 <i>W</i> e 2100 <i>W</i> , com e sem ignição externa .....	155
6.3	Resultados experimentais das características de inflamabilidade da <i>Parafina</i> , com potências de aquecimento de 1500 <i>W</i> e 2100 <i>W</i> , com e sem ignição externa.....	174
6.4	Análise comparativa entre os compostos da <i>Parafina</i> e o <i>PEAD</i> , com potências de aquecimento de 1500 <i>W</i> e 2100 <i>W</i> e sem ignição externa.....	190
6.4.1	Considerações preliminares .....	190
6.4.2	Análise geral dos resultados .....	191
6.5	Resultados experimentais das características de inflamabilidade do <i>LHNA 02/SC</i> , com potências de aquecimento de 1500 <i>W</i> e 2100 <i>W</i> , com e sem ignição externa.....	223
6.6	Análise comparativa das proteções térmicas, com potências de aquecimento de 1500 <i>W</i> e 2100 <i>W</i> e sem ignição externa.....	237
6.6.1	Considerações preliminares .....	237
6.6.2	Análise geral dos resultados .....	238
<b>7</b>	<b>CONCLUSÃO .....</b>	<b>269</b>
	<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....</b>	<b>279</b>
	<b>GLOSSÁRIO.....</b>	<b>291</b>

<b>APÊNDICE A - PROCEDIMENTO PARA OPERAÇÃO DO CALORÍMETRO CÔNICO.....</b>	<b>297</b>
<b>APÊNDICE B - FATOR DE FORMA ENTRE O CALORÍMETRO CÔNICO E UMA SUPERFÍCIE DE ÁREA QUADRADA.....</b>	<b>315</b>
B.1 Radiação térmica e fator de forma.....	315
B.2 Fator de forma entre um calorímetro cônico e a superfície de uma placa de seção quadrada .....	317
B.3 Programa para determinação do fator de forma entre um calorímetro cônico para a superfície de uma placa de seção quadrada.....	320
<b>APÊNDICE C - COEFICIENTE DE TEMPERATURA DA RESISTÊNCIA ELÉTRICA.....</b>	<b>323</b>
<b>APÊNDICE D - DETERMINAÇÃO DA VAZÃO MÁSSICA DOS PRODUTOS DA QUEIMA.....</b>	<b>327</b>
<b>APÊNDICE E - POLÍMEROS E ADITIVOS.....</b>	<b>333</b>
<b>APÊNDICE F - DESCRIÇÃO DOS ENSAIOS REALIZADOS .....</b>	<b>359</b>
F.1 Ensaios realizados .....	359
F.2 Descrição geral dos ensaios .....	369
<b>APÊNDICE G - RESULTADOS EXPERIMENTAIS DA PARAFINA COM ADITIVOS E DAS PROTEÇÕES TÉRMICAS .....</b>	<b>375</b>
G.1 Resultados experimentais das características de inflamabilidade da <i>Parafina</i> com corante preto ( <i>CP</i> ), com potências de aquecimento de 1500 <i>W</i> e 2100 <i>W</i> , com e sem ignição externa .....	375
G.2 Resultados experimentais das características de inflamabilidade da <i>Parafina</i> com corante preto ( <i>CP</i> ) e negro de fumo ( <i>NF</i> ), com potências de aquecimento de 1500 <i>W</i> e 2100 <i>W</i> , com e sem ignição externa ....	384
G.3 Resultados experimentais das características de inflamabilidade da <i>Parafina</i> com corante preto ( <i>CP</i> ) e nanofibra de carbono ( <i>NFC</i> ), com potências de aquecimento de 1500 <i>W</i> e 2100 <i>W</i> , com e sem ignição externa.....	393

G.4	Resultados experimentais das características de inflamabilidade do <i>LHNA 02</i> , com potências de aquecimento de 1500 <i>W</i> e 2100 <i>W</i> , com e sem ignição externa.....	402
G.5	Resultados experimentais das características de inflamabilidade do <i>PTDT</i> , com potências de aquecimento de 1500 <i>W</i> e 2100 <i>W</i> , com e sem ignição externa .....	411
G.6	Resultados experimentais das características de inflamabilidade do <i>PTDT/S-AM</i> , com potências de aquecimento de 1500 <i>W</i> e 2100 <i>W</i> , com e sem ignição externa.....	420
<b>ANEXO A - CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DA BALANÇA.....</b>		<b>429</b>
<b>ANEXO B - CERTIFICADOS DE CALIBRAÇÃO DOS TERMOPARES .....</b>		<b>431</b>
B.1	Certificados de calibração dos termopares da resistência do calorímetro.....	431
B.2	Certificado de calibração do termopar localizado no centro da base do calorímetro.....	434
<b>ANEXO C - CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DO MULTÍMETRO .....</b>		<b>435</b>
<b>ANEXO D - RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO DO ANEMÔMETRO.....</b>		<b>439</b>
<b>ANEXO E - CERTIFICADO DE QUALIDADE DO POLIETILENO DE ALTA DENSIDADE. ....</b>		<b>445</b>



# 1 INTRODUÇÃO

## 1.1 Contextualização e aplicação

Materiais poliméricos são utilizados com diversas finalidades no setor aeroespacial, por exemplo, como isolamento térmico e elétrico, revestimento, acabamento e estofamento em aeronaves, em aplicações como material estrutural em instalações aeronáuticas, torres de lançamento, laboratórios de testes, em proteções térmicas de foguetes, propelentes sólidos e outros.

A determinação das características de inflamabilidade dos materiais poliméricos, tais como a taxa de liberação de calor (*HRR*), o calor total liberado, a taxa de queima, temperaturas e tempo de ignição ou auto-ignição, entre outras, é de grande importância, pois se pode avaliar, à priori, a propensão do material à ignição, propagação do fogo ou combustão; realizar a comparação com outros materiais, a fim de escolher aquele de menor ou maior tendência à inflamabilidade ou de menor ou maior liberação de calor durante a queima, conforme for a aplicação; ou estudar o seu comportamento durante condições de incêndio, a fim de modelar ou analisar a propagação dos incêndios em veículos espaciais, aeronaves, prédios, instalações aeroportuárias, torres de lançamento de foguetes, e outros.

Em seguida, é apresentado um breve panorama das diversas áreas em que são direcionadas as pesquisas atuais com respeito às determinações das características de inflamabilidade de materiais.

A engenharia de segurança de vôo é uma área de pesquisa que tem se destacado nos dias atuais. Aeronaves cada vez mais complexas passam por processos de certificação mais rigorosos, sendo um dos requisitos o controle da fumaça emitida por seus componentes internos, pois numa eventual emissão de gases causada por incêndio no interior da aeronave, o percentual

de gases nocivos, a exemplo do CO e NO<sub>x</sub>, pode representar fator limitante na condução do voo. Portanto, as medições dos gases emitidos são de extrema importância para tais situações indesejadas e isso pode ser feito por meio da caracterização da inflamabilidade dos componentes internos das aeronaves.

Dada a importância do assunto, o programa de materiais resistentes à chama, gerenciado pela *Federal Aviation Administration* (FAA), órgão pertencente à estrutura do Departamento de Transporte dos EUA, tem buscado desenvolver materiais mais resistentes à propagação de chamas no interior e exterior de aeronaves civis.

O objetivo do programa é identificar os materiais menos propensos à formação e à propagação de chamas em aeronaves, que possam vir a contribuir em acidentes aéreos (FAA, 2010). Ainda, de acordo com o seu conselho de pesquisa, para que esse objetivo seja atingido, uma de suas metas é a pesquisa das relações fundamentais entre a composição e a estrutura de materiais e o seu comportamento de inflamabilidade. A Figura 1.1 apresenta o interior da cabine dos pilotos de uma aeronave Airbus A380, de alto custo de fabricação e manutenção operacional, vindo a constituir um das principais motivações, além da garantia de vida das pessoas, para pesquisas com respeito à proliferação de chamas dos mais diversos componentes, dentre eles: material dos assentos dos pilotos e passageiros, materiais de acabamento e pisos, pneus, etc.

Inúmeras universidades e centros de pesquisa ao redor do mundo realizam estudos de fenômenos associados com a propagação do fogo e a resposta humana em condições de emergência. Um exemplo é o Grupo de Pesquisa e Desenvolvimento da Universidade da Cantábria, na Espanha, que desenvolve um programa para estudos de incêndios em áreas fechadas - edifícios, infraestrutura e transporte, além de estudos em ambiente de floresta.



Figura 1.1 - Cabine do Airbus A380.  
Fonte: AIRBUS (2010).

Na Figura 1.2 é mostrado um teste realizado por este grupo, seguindo a norma ISO 9705: 1993 - Testes com fogo: teste de revestimentos em um compartimento em escala real. O teste simula um incêndio que, em condições bem ventiladas, começa em um canto de um compartimento com uma única porta aberta. O método se destina a avaliar a contribuição do crescimento da chama a partir da superfície de materiais usando uma fonte de ignição externa. É adequado para os produtos que por algum motivo não podem ser testadas em laboratórios de pequeno porte, por exemplo, materiais termoplásticos, juntas, superfícies com grandes irregularidades, etc.



Figura 1.2 - Teste de propagação de fogo, segundo ISO 9705: 1993.  
Fonte: Universidade da Cantábria (2011).

O controle da propagação de chamas durante incêndios em edificações em geral, por exemplo, em aeroportos e torres de lançamento, a partir do

conhecimento das características de inflamabilidade dos materiais expostos é outro exemplo de grande importância.

O estudo da queima de materiais e produtos, com e sem ignição externa, permite uma avaliação do calor liberado pela chama produzida e a sua variação no tempo, bem como a sua utilização em modelos matemáticos de propagação de incêndios, como aqueles desenvolvidos pelo Laboratório de Pesquisa de Incêndios e Construções do Instituto Nacional de Padrões e Tecnologia dos Estados Unidos (*www.nist.gov - Building and Fire Research Laboratory - BFRL - National Institute of Standards and Technology - NIST*).

A Figura 1.3 mostra engenheiros da Divisão de Pesquisas em Incêndios do *NIST* utilizando um edifício abandonado de sete andares, na cidade de Nova York, como laboratório para melhor entendimento com respeito à propagação de chama, fumaça e gases tóxicos nos seus corredores e escadas.

A Tabela 1.1 mostra uma lista de importantes centros de pesquisa ao redor do mundo que realizam estudos sobre ignição, propagação e extinção do fogo, reação de materiais e produtos ao fogo, liberação de fumaça e gases durante a queima de materiais e produtos, sistemas de extinção de incêndios, incêndios em prédios, casas, túneis, meios de transporte (carros, aviões, trens, ônibus, navios, etc) e outros.

Motores de foguetes em geral utilizam proteções térmicas rígidas (compósitos) e flexíveis (borrachas e *liners*), fabricadas à base de polímeros, que devem apresentar baixas taxas de liberação de calor quando sujeitas a aquecimento.





Figura 1.3 - Edifício utilizado como laboratório pela Divisão de Pesquisas em Incêndios do *NIST*.  
Fonte: NIST (2011c).

Tabela 1.1 - Centros mundiais de pesquisa de incêndios e de engenharia de segurança contra incêndios.

País	Organizações
Alemanha	BAM, FFB, IdF LSA, iBMB, MPA Braunschweig
Austrália	CSIRO
Canada	IRC-NRC
China	SKLFS, TFRI
Coréia	KICT
EUA	FMRC, FM Global, NIST-BFRL, SANDIA, SwRI, UL
Finlândia	VTT
França	CSTB
Índia	CFEES
Itália	ITC
Japão	NRIDF, TBTL, BRI
Noruega	NBL SINTEF
Nova Zelândia	BRANZ
Reino Unido	FRS, BRE
Suécia	SP Fire Technology
Taiwan	ABRI

Fonte: VFDB (2011).

O Instituto de Aeronáutica e Espaço (IAE), pertencente à estrutura do Departamento de Ciência e Tecnologia Aeroespacial (DCTA), utiliza formulações já desenvolvidas em seus laboratórios, e vem testando diversos materiais isolantes, à base de polibutadieno hidroxilado (*HTPB*):

- a) O *LHNA 02* que é utilizado como revestimento interno da região cilíndrica do motor-foguete, Figura 1.4 (a). Atua como adesivo e como isolante térmico entre o propelente e a estrutura metálica; e
- b) O *PTDT* (proteção térmica flexível com amianto) e o *PTDT/S-A* (proteção térmica flexível sem amianto), Figura 1.4 (b). Ambos *PTDT* são utilizados como proteção térmica flexível e aplicados nos domos dianteiro e traseiro de motores-foguete, entre o propelente e a proteção térmica rígida. Em função dos resultados obtidos de suas caracterizações, o *PTDT/S-A* poderá substituir o *PTDT*.



Figura 1.4 - *LHNA 02* (a) e *PTDT* (b).

Fonte: Cortesia do DCTA/IAE/AQI/EPE.<sup>1</sup>

Sistemas propulsivos químicos empregam propelentes líquidos, sólidos ou gasosos. Segundo Sutton (2007) a propulsão líquida pode ser monopropelente, realizada com um propelente que se decompõe na presença de um catalisador, ou bipropelente, realizada por dois propelentes líquidos, um combustível e um

---

<sup>1</sup> O então, Laboratório de Plásticos e Elastômeros (AQI-EPE), atual laboratório de compósitos (AQI-LAC), tem por atribuição a pesquisa, o desenvolvimento e os serviços nas áreas de proteções térmicas rígidas e flexíveis e materiais isolantes que possam ser utilizados em motores-foguetes.

oxidante, reagindo entre si. A propulsão sólida utiliza grãos de propelente sólido que possuem elementos químicos que podem reagir de forma autônoma sem a presença de ar atmosférico. A propulsão gasosa utiliza um gás inerte sob alta pressão. Na propulsão híbrida são utilizados oxidantes e combustíveis em fases diferentes. O oxidante pode ser armazenado ou ser utilizado da atmosfera. Este tipo de propulsão apresenta, em geral, velocidades de ejeção dos produtos maiores que a propulsão sólida e menor que a líquida

Polímeros como *HTPB*, *PE*, polimetilmetacrilato (*PMMA*) e parafina são frequentemente usados na composição de propelentes sólidos de foguetes. Estudos sobre propelentes poliméricos têm sido realizados por diversos autores que têm apresentado linhas de pesquisas e resultados para um determinado problema específico.

Korting et al. (1987) estudaram a combustão do polimetilmetacrilato e do Polietileno com oxigênio e também de diferentes misturas de oxigênio e nitrogênio para verificação da taxa de regressão. Fatores que afetam este parâmetro são: vazão mássica, a geometria, pressão, presença de oscilação, a composição do oxidante e o tempo de queima. Os autores verificaram que os efeitos de variação da taxa de regressão são mais intensos a baixa pressão.

Wernimont e Heister (1996) testaram a taxa de regressão da queima dos polietilenos de ultra alto peso molecular (*PEUAPM*), de alta densidade (*PEAD*) e de baixa densidade (*PEBD*) utilizando o peróxido de hidrogênio (85%) como oxidante para uma mesma faixa de vazão e de pressão na câmara e utilizaram os resultados para determinar a eficiência da combustão, os efeitos transientes de ignição e os efeitos de estabilidade. Carmicino e Sorge (2003) realizaram vários testes para determinar o comportamento da taxa de regressão da queima de *PE* com oxigênio e verificaram o seu aumento pela utilização de um injetor cônico.

Karabeyoglu et al. (2004) testaram parafina com negro de fumo para garantir que o fluxo de calor radiativo no grão de combustível fosse minimizado. Brown e Lydon (2005) realizaram testes com misturas de 95% de parafina e 5% de negro de fumo utilizando peróxido de hidrogênio como oxidante e verificaram maiores taxas de regressão quando comparada com *HTPB* e parafina pura.

Nos últimos 20 anos tem havido um aumento do interesse no desenvolvimento de propulsores híbridos. Segundo Altman e Humble (1995) as pesquisas em propulsão híbrida iniciaram em 1930 quando O. Lutz e W. Noeggerath desenvolveram um motor de 10.000 *N* usando carvão e óxido nitroso como propelentes.

Chiaverini et al. (2000) e Gouvêa et al. (2006) apresentam como características favoráveis dos sistemas híbridos o baixo custo, facilidade de fabricação, boa resistência mecânica, confiabilidade, segurança no manuseio, capacidade operacional para desativação e religamento do motor, assim como, menor impacto ambiental. No entanto, os foguetes híbridos fornecem impulsos baixos, uma vez que as taxas de regressão dos combustíveis híbridos convencionais são relativamente pequenas (CHIAVERINI, et al., 2000).

George et al. (2001) estudaram vários métodos para aumentar a taxa de regressão de um motor híbrido utilizando *HTPB* e oxigênio gasoso. Estudaram os efeitos da adição de perclorato de amônia (*PA*) e alumínio em grãos de combustível e observaram um aumento de 20 a 30% nas taxas de regressão causada pela adição de partículas de alumínio.

Santos et al. (2005) desenvolveram e testaram um motor híbrido utilizando parafina e  $N_2O$  como propelentes. Testes com a taxa de regressão confirmaram que a parafina é um promissor combustível para motores híbridos. As ignições e operação foram confiáveis na maioria dos testes. O lançamento

do foguete foi um sucesso, sendo o primeiro motor híbrido lançado por pesquisadores no Brasil.

Salvador et al. (2007) estudaram a adição de corantes e de negro de fumo em grãos de parafina para queimar com o  $N_2O_4$  em propulsores híbridos espaciais. Esta ação visava reduzir o efeito da radiação térmica sobre os grãos, aumentar a sua resistência mecânica e obter taxas de regressão superiores aos combustíveis híbridos convencionais (*PEAD*, *HTPB*).

Atualmente, propulsores híbridos têm sido desenvolvidos por diversas organizações e empresas. Desde 2001, o *Ames Research Center* da NASA, e a Universidade de *Stanford*, ambos dos Estados Unidos da América (EUA) têm testado um novo combustível a base de parafina para utilização em propulsão híbrida, Figura 1.5. Com esse novo combustível têm sido obtidas taxas de regressão até três vezes maiores que o desenvolvido pelos combustíveis de motores híbridos convencionais (KARABEYOGLU, 2004; NASA, 2011).

As empresas *SpaceDev* e *Scaled Composites* lançaram com sucesso um veículo suborbital empregando *HTPB* e óxido nitroso como propelentes (MOJAVE, 2011). Já na Universidade de *Purdue* tem-se implementado um programa de demonstração de propulsores híbridos, visando o desenvolvimento de um lançador de satélites de pequeno porte (PURDUE, 2011).



Figura 1.5 - Banco de teste de combustão híbrida da Ames - NASA.  
Fonte: NASA (2011).

O Laboratório Associado de Combustão e Propulsão do INPE realiza desde 2002 pesquisas na área de propulsão híbrida. Foram executados testes de motores-foguete de baixo empuxo (100, 200 e 400 *N*) empregando parafina como combustível e  $N_2O_4$  e  $N_2O$  como oxidantes. Grãos de parafina foram preparados com diferentes concentrações de negro de fumo, corantes, dispersantes e nanofibras de carbono para aumento das taxas de regressão (SALVADOR, et al., 2007).

Alguns parâmetros são usados no estudo de propagação de incêndios de diferentes materiais, como calor de combustão, determinação da taxa de liberação de calor (HRR) ao longo da queima, etc.

O calor de combustão, a energia liberada em um processo de combustão, pode ser determinado teórica ou experimentalmente. No entanto, em muitas aplicações a determinação da taxa de liberação de calor (*HRR*) ao longo da queima é mais relevante que o conhecimento apenas do calor de combustão. Por exemplo, no estudo de propagação de incêndios, na análise da propensão ao fogo e na comparação de características de inflamabilidade de materiais.

Os primeiros equipamentos de medição da taxa de liberação de calor ao longo da queima podiam medir a energia liberada de materiais com tamanhos na ordem de centímetros. Pode-se citar o calorímetro da *Ohio State University* (OSU), mostrado na Figura 1.6, desenvolvido, em 1970, pelo Prof. Ed Smith, e o calorímetro NBS-I, desenvolvido por Alex Robertson e Bill Parker, do então *National Bureau of Standards* (NBS). No entanto, esses equipamentos apresentavam alto custo e complexidade de operação (BABRAUSKAS, 2010).

Babrauskas iniciou pesquisas no *National Bureau of Standards* dos EUA, em 1977, visando à medição da taxa de liberação de calor durante a queima de materiais de forma mais prática e menos onerosa. Em 1982 apresentou a primeira versão do calorímetro cônico que depois se tornou padrão mundial para medidas da taxa de liberação de calor, em baixa e larga escala (BABRAUSKAS, 1982, 1984, 1993, 2010). A Figura 1.7 mostra um esquema do calorímetro cônico padrão, descrito na norma ASTM E 1354-03 (2003).



Figura 1.6 - Calorímetro OSU.

Fonte: *Fire testing technology* (2011).

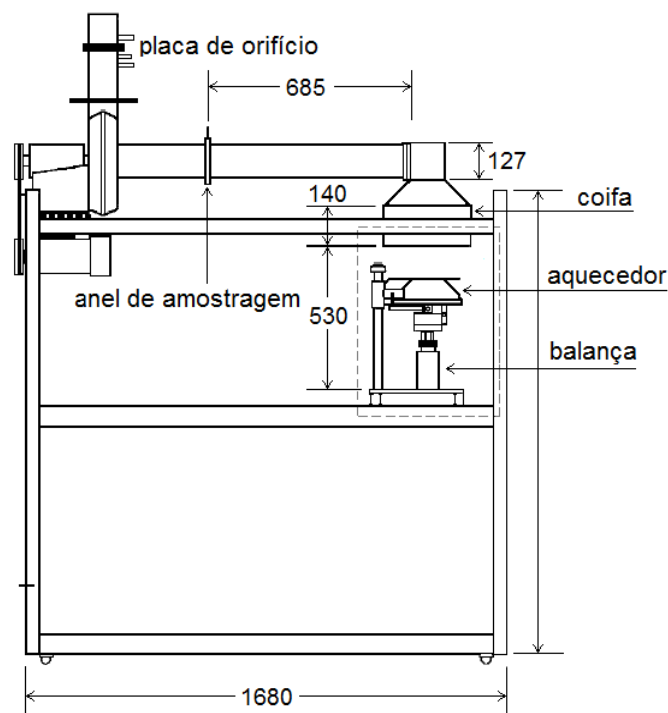


Figura 1.7 - Esquema de um calorímetro cônico, conforme norma ASTM E 1354-03 (2003). Todas as dimensões em *mm*.

Várias técnicas de medição têm sido desenvolvidas com a finalidade de se reduzir os custos de ensaios em larga escala, para caracterização da inflamabilidade de materiais acabados. Para Gallo e Agnelli (1998) o processo de queima deve ser realizado por um ou mais testes normatizados, para que se possam conhecer adequadamente os materiais com respeito às suas características de inflamabilidade. Entre os principais órgãos internacionais emissores de normas na área de proteção contra incêndios se destacam:

- a) *American Society for Testing and Materials (ASTM)* - comportamento das características de inflamabilidade de materiais poliméricos em ambientes propensos a proliferação de chama;
- b) *Underwriters Laboratories (UL)* - segurança dos materiais poliméricos de uso cotidiano com vistas à sua homologação;
- c) *National Fires Protection Association (NFPA)* - prevenção de incêndio a partir do uso de materiais poliméricos;



- d) *Uniform Building Code (UBC)* - prevenção de incêndio por meio da padronização de materiais de construção; e
- e) *International Standards Organization (ISO)* - prevenção de incêndios na área de materiais de construção, produtos eletrotécnicos e materiais poliméricos.

Gold (2011) cita como importante norma a UL 94: *Flammability Testing*, que trata de componentes de utensílios domésticos, emitida pela *Underwriters Laboratories (UL)*, organização de certificação de segurança de produtos, sediada em *Illinois* (EUA). A UL 94 possui 6 tipos diferentes de testes divididas em duas categorias: horizontal e vertical. Na Figura 1.8 é apresentado um esquema de medições na posição horizontal.

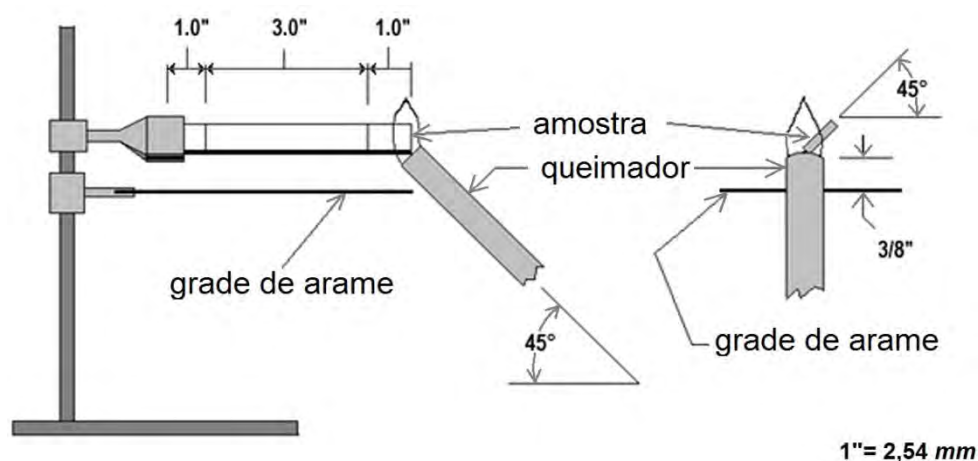


Figura 1.8 - Teste de queima horizontal para classificação 94 HB.  
Fonte: *Boedeker Plastics, Inc.* (2011).

Todos os métodos utilizam amostras padrão, fonte de calor controlada e um período de condicionamento da amostra antes do teste. Uma das medidas realizadas é a "afterflame" que equivale ao tempo de queima do material quando a fonte de calor é removida.

Atualmente equipamentos mais diversificados para atividades específicas são utilizados. Beaulieu e Dembsey (2008) realizaram estudo empírico e analítico

para quantificar o efeito da concentração de oxigênio (20,9 a 40%) sob o fluxo de calor da chama em escala de bancada como um meio de representar o comportamento em larga escala. O aparelho apresentado na Figura 1.9 foi utilizado para efetuar medidas de inflamabilidade na posição horizontal e vertical do Polimetilmetacrilato preto, Propileno e Polioximetileno preto. O fluxo de calor da chama, assim como a parcela radiativa e convectiva para vários gases foram medidos. Os autores verificaram que os fluxos de calor total da chama para o polimetilmetacrilato preto e polioximetileno preto são 20 e 11  $kW/m^2$ , respectivamente.

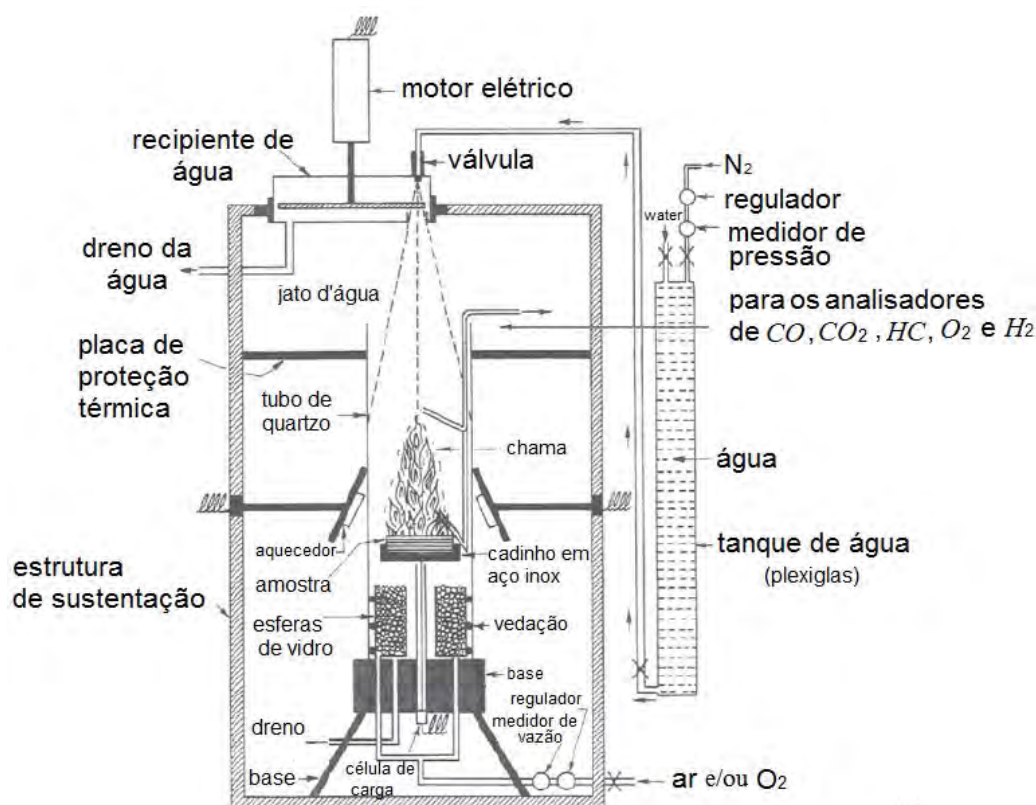


Figura 1.9 - Calorímetro avançado para medições de características de inflamabilidade.

Fonte: Beaulieu e Dembsey (2008).

Stoliarov et al. (2009) propuseram um modelo matemático para determinar a taxa de liberação de calor do Polimetilmetacrilato (*PMMA*), do Poliestireno de alto impacto (*PSAI*) e do Polietileno de alta densidade (*PEAD*). Para utilização

do modelo, os autores estimaram a faixa de fluxo calor da chama entre 11 e 24  $kW/m^2$  e admitiram como dado de entrada no referido modelo o valor médio entre os seus resultados e os apresentados por Beaulieu e Dembsey (2008), ou seja, 16  $kW/m^2$ . Os equipamentos para tais medições foram um calorímetro cônico e um analisador termogravimétrico do *National Institute of Standard and Technology* (NIST), mostrado na Figura 1.10.

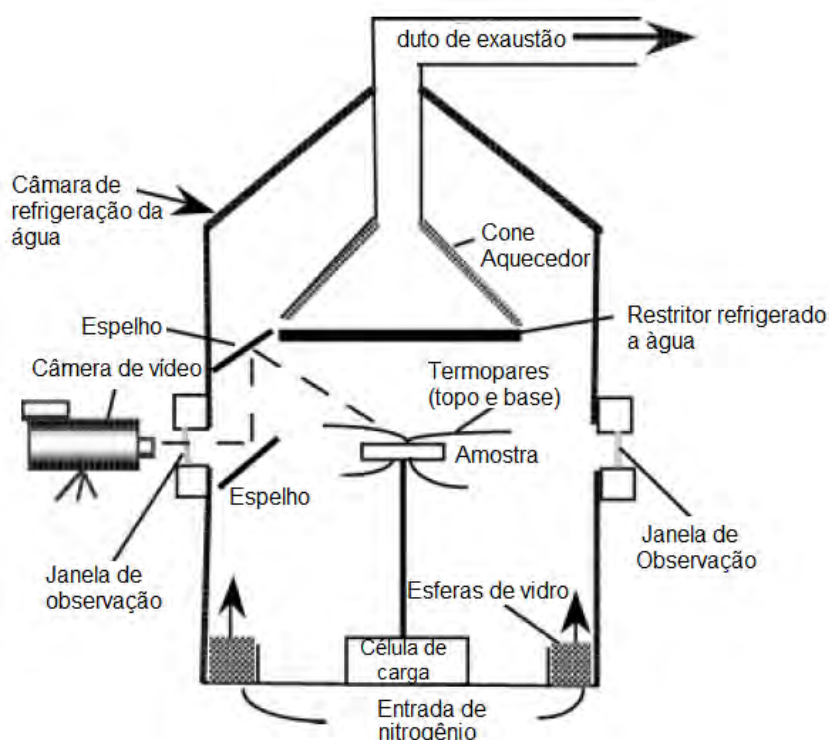


Figura 1.10 - Esquema de um analisador termogravimétrico.  
Fonte: Gilman et al. (2006).

O projeto e a operacionalidade do calorímetro cônico são fundamentais para se identificar, de forma correta, as características de inflamabilidade de materiais e produtos para aplicações nas mais diversas áreas citadas. No caso dos materiais poliméricos as características de inflamabilidade são difíceis de ser generalizadas devido à influência de inúmeros fatores, entre eles, a variabilidade da composição química e estrutura molecular, a inserção de aditivos, dimensões e as condições ambientais de utilização. Com os resultados obtidos das caracterizações dos materiais poliméricos, pode-se

planejar quais materiais são mais adequados para determinada aplicação e com isso se reduzir custos, tempo de operação, garantir a segurança contra incêndio dos mais diversos tipos de sistemas, etc.

No caso de propelentes de foguetes pode-se estudar as taxas de regressão para várias composições antes da preparação do grão propelente. Com isso é possível reduzir custos operacionais dos ensaios nas câmaras de combustão que naturalmente são superiores aos realizados nos calorímetros cônicos e assim, obter maior rendimento das fases de testes.

## **1.2 Revisão da literatura**

Vários estudos têm sido realizados para se determinar as características de inflamabilidade dos polímeros utilizando um calorímetro cônico. Existe uma quantidade volumosa de publicações disponibilizada em sítios especializados. A seguir é feita uma breve revisão dos trabalhos mais significativos nesta área do conhecimento.

Babrauskas (1982, 1993) fez um retrospecto, a partir da década de 70, da utilização dos calorímetros cônicos e cita suas principais características e aplicações. Com respeito às aplicações, fica notória a importância da medição da taxa de liberação de calor ou energia liberada por unidade de tempo nos diversos processos de queima de materiais, que por sua vez, vêm ganhando destaque quando se trata de pesquisa de materiais poliméricos, em particular, quando voltados para o setor aeroespacial. Verifica-se ainda, nas referidas publicações, o aumento de sua utilização em atmosfera controlada, por exemplo: a) ensaios realizados com baixo nível de  $O_2$  ou com Nitrogênio puro para fornecimento de informações adicionais de polímeros desenvolvidos quimicamente; e b) em aplicações aeroespaciais com concentrações de  $O_2$  superiores a 21%, o que significa operações em condições mais perigosas.

Hopkins-Jr (2005) determinou os tempos de ignição e as taxas de queima do nylon, polietileno e polipropileno. Os dados obtidos foram inseridos em um modelo integral para comparação com resultados obtidos experimentalmente.

Stoliarov et al. (2009) compararam os dados numéricos e experimentais da taxa de liberação de calor e da taxa de consumo de massa do polimetilmetacrilato (*PMMA*), poliestireno de alto impacto (*PSAI*) e polietileno de alta densidade (*PEAD*). Os autores verificaram a convergência dos resultados (curvas experimentais e teóricas) da *HRR* e da taxa de consumo de massa para os referidos materiais; a independência do calor total liberado com a potência de aquecimento e com a espessura da amostra; e o aumento do pico da taxa de liberação de calor e da taxa de liberação de calor média com o aumento da potência de aquecimento.

Janowska et al. (2007) apresentaram resultados de estabilidade térmica de borracha vulcanizada com butadieno e acrilonitrila, variando a quantidade de sílica contendo bromo e iodo. Uma considerável redução da inflamabilidade da borracha foi obtida com o aumento do teor da sílica modificada.

Price et al. (2005) realizaram estudos da caracterização de materiais retardantes, avaliando a inibição da queima do poliestireno pela incorporação de compostos fosfóricos e concluíram que a incorporação deste material diminuía de forma significativa a propensão à queima.

Elliot e Whiteney (1999) testaram quatro tipos de fios de aplicação comercial segundo um protocolo que apresentou boa repetitividade. Os resultados demonstraram um impacto negativo do isolamento à base de polietileno clorado, contendo trióxido de antimônio.

Hostikka e Axelsson (2003) utilizaram códigos de dinâmica dos fluidos computacional (*CFD*) para modelar o processo de queima no interior do calorímetro cônico, considerando o escoamento, a reação de combustão, a

radiação térmica da chama e do calorímetro cônico e a geração de fuligem. Eles forneceram um método para estimar o fluxo de calor radiativo sobre a amostra durante a queima, usando um parâmetro adimensional baseado na distância a partir do centro da amostra.

Rhodes (1994) realizou medições tanto do fluxo de calor irradiado de um calorímetro cônico quanto do fluxo de calor da chama para amostras pretas de 25 mm de espessura de polimetilmetacrilato (PMMA). As temperaturas das superfícies das placas foram medidas com termopares para diferentes níveis de energia irradiada. O fluxo de calor da chama, para irradiações de 0 a 75  $\text{kW/m}^2$  do calorímetro, foi estimado em aproximadamente 37  $\text{kW/m}^2$ .

Wilson et al. (2002) caracterizaram experimentalmente o fluxo de calor incidente sobre a superfície da amostra a partir de um calorímetro cônico em função das coordenadas espaciais e verificaram uma variação significativa na temperatura da superfície e, portanto, da radiosidade sobre a amostra. O modelo mostrou que para a altura padrão de 25 mm entre a amostra e a base do calorímetro o fluxo de calor somente é uniforme na sua região central, ocorrendo um decréscimo de 2,6% e 15,9% para o lado e canto da amostra, respectivamente. A emissividade do calorímetro cônico foi medido como aproximadamente 1.

Segundo Kanury (1977), a ignição de uma amostra testada em um calorímetro ocorre quando o vapor de combustível se mistura com o ar e atinge o limite inferior de inflamabilidade da mistura na temperatura de ignição. No caso de materiais celulósicos, um fluxo mínimo de pirólise também é usado como critério de ignição.

Spearpoint (1999) verificou que a ignição e a queima da madeira dependem de muitos fatores, incluindo a espécie, a orientação de grãos, o teor de umidade, as condições de exposição e a variabilidade das propriedades inerentes da madeira como material natural. O estudo foi realizado por meio da comparação

da queima de madeira em um calorímetro cônico e um modelo integral unidimensional que descreve a pirólise transiente de um sólido carbonizado semi-infinito sob um fluxo de calor constante.

Spearpoint e Quintiere (2001) verificaram experimentalmente e teoricamente a ignição de amostras de madeiras de espessuras de 50 *mm* em um calorímetro cônico. Quatro espécies de madeira foram testadas com fluxos de calor de 0 a 75  $\text{kW/m}^2$ , com seus grãos orientados em paralelo e perpendicular ao calor incidente. Os tempos de ignição obtidos foram utilizados para obter propriedades características dos materiais e foram usados como dados de entrada para um modelo integral unidimensional que descreve a pirólise transitória de um sólido carbonizável semi-infinito. Os resultados experimentais e do modelo integral convergiram bem para fluxos de calor acima de 20  $\text{kW/m}^2$ . Para baixos fluxos de calor verificou-se que o mecanismo de ignição é diferente comparado a fluxos maiores.

Bryant e Mulholland (2008), considerando que medições precisas da taxa de liberação de calor fornecem informações essenciais para se definir as características de segurança contra incêndio de produtos, realizaram análise detalhada da incerteza de medição da taxa de liberação de calor baseado no consumo de oxigênio de um calorímetro de larga escala. Estimativas da incerteza também foram realizadas para o calor medido na entrada de um queimador de gás natural bem controlado. As medições do calor de entrada e da taxa de liberação de calor foram realizadas de forma independente. Verificaram que a dispersão dos resultados entre as duas medições ficaram dentro dos limites de incerteza e que houve uma contribuição significativa na incerteza combinada devido a concentração de oxigênio e da vazão mássica. Considerando-se que a calorimetria baseada no consumo de oxigênio continua sendo o método mais difundido para a medição da taxa calor de liberação em testes de fogo experimentais, Brohez (2005) realizou a análise teórica da incerteza da taxa de liberação calor, especialmente quando as correções CO e

fuligem são aplicadas. O material utilizado é o clorobenzeno que conduz a altos valores de CO e fuligem. Verificou que a incerteza das correções de CO e fuligem são elevadas quando a composição do combustível é desconhecida e que as maiores fontes de incerteza estão associadas a concentração de oxigênio, ao calor de combustão e a vazão em massa.

Enright e Fleischmann (1999) avaliaram a incerteza da medição da taxa de liberação de calor em um calorímetro cônico operado segundo os critérios da ISO 5660-4. Os autores evidenciaram que as maiores componentes de incerteza são devidas ao fator de expansão de combustão, ao calor efetivo de combustão e à concentração de oxigênio.

### **1.3 Objetivos do trabalho**

Como objetivo geral do trabalho, propõe-se determinar as características de inflamabilidade de amostras de polietileno de alta densidade (*PEAD*) e de amostras de compostos da parafina com corante preto (*CP*), negro de fumo (*NF*) e nanofibras de carbono (*NFC*), visando aplicações em propulsão híbrida, e de amostras dos materiais *LHNA 02/SC*, *LHNA 02*, *PTDT* e *PTDT/S-AM*, para uso em proteções térmicas de foguetes. Será empregado um calorímetro cônico, com potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W, com e sem ignição externa, para medida das seguintes propriedades:

- Taxa de liberação de calor
- Evolução de massa
- Evolução de massa normalizada
- Taxa de consumo de massa
- Consumo de  $O_2$
- Emissões de  $CO_2$ ,  $CO$ ,  $NO_x$  e  $UHC$
- Temperaturas dos gases de exaustão
- Vazão mássica dos gases



- Tempo de ignição
- Tempo de auto-ignição
- Tempo de queima com chama
- Tempo de queima sem chama (incandescência)

A fim de se estabelecer uma sistemática no desenvolvimento do trabalho, algumas metas foram estabelecidas:

- 1) Verificação da adequada operação do calorímetro do INPE/LCP por meio da identificação dos instrumentos de medição do processo de combustão e garantir a qualidade de suas informações por meio de calibrações ou verificações;
- 2) Avaliação da incerteza expandida da taxa de liberação de calor no processo de combustão, com o intuito de se identificar as grandezas metrológicas que mais contribuem para a dispersão dos resultados; e
- 3) Determinação da estimativa da taxa de calor liberado por *kg* de  $O_2$  consumido tomando a Parafina, o *PEAD* e o *HTPB* como referências.

## 1.4 Organização dos Capítulos

Para desenvolvimento da pesquisa foram adotadas as seguintes divisões para os tópicos abordados:

No Capítulo 2 são apresentados os principais conceitos envolvidos nos processos de combustão de materiais e produtos. São apresentadas estimativas do calor liberado por *kg* de  $O_2$  consumido durante a queima da parafina, do polietileno de alta densidade e do polibutadieno hidroxilado. Finalmente, é apresentada uma equação que permite estimar a taxa de liberação de calor por *kg* de  $O_2$  consumido.

No Capítulo 3 são apresentados os componentes do calorímetro cônico do INPE/LCP. Os seguintes aspectos são considerados: a) sua operacionalidade; b) a necessidade de instalação de instrumentos de medição; c) sua qualidade metrológica; e d) o cumprimento dos critérios estabelecidos pela ASTM E 1354-03 (2003). Após a caracterização do calorímetro, pode-se definir as condições iniciais dos ensaios de forma a garantir a repetitividade dos processos de medição.

No Capítulo 4 são apresentados os principais conceitos de metrologia envolvidos na avaliação da incerteza da medição da taxa de liberação de calor, que é uma das mais importantes características de inflamabilidade, quando no exame da propensão ou não à combustão de materiais ou produtos.

No Capítulo 5 é apresentada a metodologia do trabalho. A partir dela é possível se reproduzir os ensaios de forma sistemática por meio de um procedimento técnico; pela apresentação das características físico-química dos materiais; e pelo modo de preparação das amostras.

No Capítulo 6 são apresentadas as análises dos resultados das características de inflamabilidade dos materiais poliméricos em questão, ou seja:

- a) polietileno, para potências de aquecimento de 1500 *W* e 2100 *W*, com e sem ignição externa;
- b) parafina, para potências de aquecimento de 1500 *W* e 2100 *W*, com e sem ignição externa;
- c) comparações entre os compostos de parafina e o polietileno, para potências de aquecimento de 1500 *W* e 2100 *W*, sem ignição externa;
- d) *LHNA 02/SC*, para potências de aquecimento de 1500 *W* e 2100 *W*, com e sem ignição externa; e

- e) comparações entre as proteções térmicas ( $PT$ ), para potências de aquecimento de 1500  $W$  e 2100  $W$ , sem ignição externa.

No Capítulo 7 é feita uma revisão dos resultados alcançados, depois são apresentadas as principais conclusões da pesquisa e, ao final, são descritas algumas perspectivas para trabalhos futuros.



## 2 TAXA DE LIBERAÇÃO DE CALOR

Por ser uma das mais importantes características de inflamabilidade em processos de combustão, a taxa de liberação de calor (*HRR*) é discutida de forma pormenorizada. Deseja-se analisar cada parâmetro de entrada que estabelece a sua medição, os princípios de combustão envolvidos neste processo, e também as considerações realizadas que dependem das grandezas que se está medindo. O resultado é fundamental para que se possa analisar e discutir os mais diferentes materiais ensaiados.

### 2.1 Definições e considerações

A taxa de liberação de calor corresponde à energia ou calor liberado dos corpos em combustão, no tempo, em função da unidade de massa de  $O_2$  consumido neste processo.

A medição do calor liberado pelos materiais em combustão era anteriormente realizada por meio da medição da temperatura do ar no entorno da chama (STECKLER, 2010). No entanto, como a radiação térmica emitida varia com o tipo de material que está sendo queimado e nem toda a energia gerada pela combustão contribui para o aquecimento do ar, pode ocorrer um grande erro de medição. Para se avaliar o calor residual que não participa da elevação da temperatura do ar, vários termopares eram colocados no ambiente em teste. Este processo, entretanto, era muito dispendioso e cansativo, principalmente em ambientes amplos.

No final da década de 1970, pesquisadores como Parker e Huggett, do então *National Bureau of Standards* (NBS), hoje *National Institute of Standards and Technology* (NIST) dos EUA, investigaram pormenorizadamente a liberação de calor dos materiais em combustão em função da quantidade de oxigênio consumido (PARKER, 1977; HUGGETT, 1980).

O calor liberado e o consumo de oxigênio em uma reação de combustão podem ser determinados a partir da composição química e dos dados termodinâmicos da substância. No entanto, em se tratando de materiais de composição desconhecida ou complexa não é possível saber a priori o calor liberado ou o consumo de oxigênio pela reação. Parker (1977) então verificou que embora o calor liberado por unidade de material consumido variasse bastante durante o processo de combustão, a quantidade de calor liberado por unidade de volume era praticamente constante, o que no caso do metano foi determinado como  $16,4 \text{ MJ/m}^3$  de oxigênio consumido. Este resultado foi apenas uma ratificação do trabalho realizado por Thornton em 1917, que tinha chegado ao mesmo valor para gases orgânicos e líquidos durante uma combustão completa.

Huggett (1980) realizou uma minuciosa análise da quantidade de calor liberado por unidade de oxigênio consumido. Fez duas considerações: a) os resultados seriam obtidos para as condições reais de queima; e b) substituiu-se a unidade de volume de  $\text{O}_2$  consumido pela de massa de  $\text{O}_2$  consumido.

Inicialmente, para uma combustão completa, Huggett apresentou os resultados dos calores de combustão e calores de combustão por grama de  $\text{O}_2$  consumido para líquidos orgânicos típicos e gases combustíveis. O referido autor admitiu que os gases formados ou liberados pela combustão seriam, dependendo do material,  $\text{CO}_2$ ,  $\text{H}_2\text{O}_{(\text{g})}$ ,  $\text{HF}$ ,  $\text{HCl}$ ,  $\text{Br}_2$ ,  $\text{SO}_2$  ou  $\text{N}_2$ . O valor médio encontrado foi de  $12,7 \text{ kJ/g}$  de  $\text{O}_2$  consumido, com uma variação de  $\pm 3,0\%$ . Para Huggett, isto não foi uma surpresa, pois os processos energéticos envolvidos são resultados da quebra de ligações de carbono-carbono e carbono-hidrogênio que possuem energias de ligação similares,  $357,4 \text{ kJ/mol}$  e  $410,1 \text{ kJ/mol}$ , respectivamente.

O valor médio, para polímeros sintéticos, foi de  $13,03 \text{ kJ/g}$  de  $\text{O}_2$  consumido com uma variação de  $\pm 4,0\%$ . Materiais naturais como madeira, algodão,

celulose, entre outros, apresentaram valor médio de 13,21 kJ/g de O<sub>2</sub> consumido com uma variação de  $\pm 5,3\%$ .

Huggett conduziu, em seguida, a sua investigação para a uma condição mais realística, ou seja, para o caso de uma combustão incompleta em ambientes que apresentam materiais comuns na rotina das pessoas. O CO normalmente está presente em queimas reais, mas em concentrações pequenas, e raramente excede 10% da concentração de CO<sub>2</sub>. Huggett, portanto, determinou a quantidade de calor liberado por unidade de massa de O<sub>2</sub> para queima de materiais celulósicos, em mistura pobre, com a concentração de CO supracitada. O resultado médio foi de 13,37 kJ/g de O<sub>2</sub> consumido comparado com 13,59 kJ/g de O<sub>2</sub> consumido numa queima com excesso de ar. Portanto, uma diferença pequena que poderia ser corrigida se o CO fosse medido.

Outra consideração, é que alguns materiais celulósicos tendem a produzir uma queima incandescente (*smoldering*) que é um processo de queima sem chama. Para uma reação hipotética, que força a queima incandescente, Huggett, verificou que o resultado médio foi de 13,91 kJ/g de O<sub>2</sub> consumido quando carbono puro era formado comparado com 13,59 kJ/g de O<sub>2</sub> consumido numa queima com excesso de ar.

Huggett considerou também a queima parcial de materiais como propileno, poliácridonitrilo e tetrafluoroetileno, e verificou que sob as piores condições de queima o valor médio ficou numa faixa de 10,76 kJ/g e 13,91 kJ/g de O<sub>2</sub> consumido. Então, caso esses materiais estivessem presentes em pequenas quantidades no processo de queima, não seria introduzido um erro significativo na taxa de liberação de calor baseado no consumo de O<sub>2</sub>.

Huggett finalmente considerou todo esse cenário como caso limite e que os efeitos em incêndios reais deveriam ser menores que os resultados

apresentados. Para combustíveis orgânicos convencionais recomendou o valor de 13,1 kJ/g de O<sub>2</sub> consumido com uma variação de ±6,0%.

Na seção a seguir é apresentado um método teórico para estimativa do calor liberado por unidade de massa de oxigênio consumido durante a queima de polímeros.

## 2.2 Determinação teórica do calor liberado por unidade de massa de oxigênio consumido

A aplicação das leis de conservação de massa e energia permite a determinação do calor liberado por unidade de massa de oxigênio consumido durante a queima de um material. A primeira lei da termodinâmica relaciona as variações de energia (interna, potencial, cinética, etc) de um sistema ou volume de controle com o calor trocado e o trabalho realizado durante um processo termodinâmico.

A sua derivação e aplicação são importantes na determinação de características como entalpia de combustão e poder calorífico. Segundo Van Wylen et al. (1994) para escoamentos reativos, atravessando um volume de controle em regime permanente, sem variações significativas de energia potencial e cinética, a primeira lei da termodinâmica pode ser escrita como:

$$\underbrace{Q_{VC}}_{\substack{\text{calor} \\ \text{fornecido}}} + \overbrace{\sum_{j=1}^N n_{e,j} (\bar{h}_{e,j}^0 + \Delta \bar{h}_{e,j})}^{\substack{\text{entalpia entrando} \\ \text{(reagentes)}}} = \underbrace{W_{VC}}_{\substack{\text{trabalho} \\ \text{realizado}}} + \overbrace{\sum_{j=1}^N n_{s,j} (\bar{h}_{s,j}^0 + \Delta \bar{h}_{s,j})}^{\substack{\text{entalpia saindo} \\ \text{(produtos)}}} \quad (2.1)$$



onde,

$n_{e,j}$  = número de moles da espécie  $j$  que entra no volume de controle no intervalo de tempo  $\Delta t$

$n_{s,j}$  = número de moles da espécie  $j$  que sai do volume de controle no intervalo de tempo  $\Delta t$

$\bar{h}_{e,j}^0$  = entalpia de formação da espécie  $j$  entrando no volume de controle

$\bar{h}_{s,j}^0$  = entalpia de formação da espécie  $j$  saindo do volume de controle

Deve-se notar que uma parcela das  $N$  espécies envolvidas é constituída dos reagentes e inertes e o restante das espécies são produtos, ou seja, algumas espécies entram no volume de controle e são consumidas dentro dele (reagentes), enquanto outras espécies são geradas dentro do volume de controle (produtos).

### *Entalpia de combustão*

A entalpia de combustão (*entalpia molar de combustão*) é a diferença entre a entalpia dos produtos e a entalpia dos reagentes, quando há combustão completa e os produtos são levados a uma temperatura igual à dos reagentes,  $T_s = T_e$ , a uma mesma pressão  $P_s = P_e$ . Matematicamente é dada por:

$$\bar{h}_{RP} = H_P - H_R \quad (2.2)$$

A entalpia molar de combustão a 298 K e a 0,1 MPa (1 atm) é chamada de entalpia padrão de combustão,  $\bar{h}_{RP}^0$ . Da equação 2.2 e verificando que  $\Delta \bar{h}_{e,j}$  e  $\Delta \bar{h}_{s,j}$  são iguais a zero, pois  $T_s = T_e = 298 \text{ K}$  e  $P = 1 \text{ atm}$ , tem-se:

$$\bar{h}_{RP}^0 = Q_{VC} = \sum_{j=1}^N n_{s,j} \bar{h}_{s,j}^0 - \sum_{j=1}^N n_{e,j} \bar{h}_{e,j}^0 \quad (2.3)$$

onde  $\bar{h}_{RP}^0$  equivale ao calor retirado do volume de controle para fazer com que  $T_s = T_e$ .

### *Poder calorífico*

A *entalpia padrão de combustão*,  $\bar{h}_{RP}^0$ , por *kg* de combustível, com sinal positivo, é chamada de *poder calorífico* que pode ser de dois tipos: poder calorífico inferior (PCI) ou poder calorífico superior (PCS), dependendo do estado físico da água nos produtos da combustão.

A determinação do poder calorífico inferior é realizada considerando-se que os gases de exaustão sejam resfriados a 298 K, porém mantendo-se a água na fase vapor. O poder calorífico superior é maior que o poder calorífico inferior, pois se aproveita a energia proveniente da condensação da água a 298 K.

### *Entalpia de formação ou calor de formação*

Calor de formação ou entalpia de formação, representado por  $\Delta H_f^0$ , corresponde à variação de entalpia associada à formação de um mol de uma substância a partir de seus elementos constituintes, na forma de substâncias simples mais estáveis e no estado padrão (átomos ou moléculas diatômicas simples).

### *Calor liberado por unidade de massa de oxigênio consumido*

O calor médio liberado por unidade de massa de oxigênio consumido,  $E$ , pode ser obtido a partir da entalpia de combustão ou a partir do  $PCI$ , de acordo com as equações:

$$PCI = \frac{\bar{h}_{RP}^0}{M_C} \left| \begin{array}{l} \text{água na} \\ \text{forma} \\ \text{de vapor} \end{array} \right. \quad (2.4)$$

$$PCS = \frac{\bar{h}_{RP}^0}{M_C} \left| \begin{array}{l} \text{água} \\ \text{líquida} \end{array} \right. \quad (2.5)$$

onde  $M_C$  é massa molar do combustível.

Se a entalpia de combustão ou o poder calorífico inferior não forem conhecidos a energia liberada por  $kg$  de oxigênio pode ser estimada a partir das energias de ligação das moléculas da substância. Este método é também especialmente importante para os casos da parafina e do polietileno que apresentam moléculas de tamanho variável.

### *Energia de ligação*

A energia de ligação corresponde à energia média, por mol, necessária para dissociar moléculas em átomos. Se forem conhecidas as energias de ligação de uma molécula é possível estimar a sua entalpia de formação,  $\Delta H_f^0$  (KUO, 1986).

A seguir são apresentadas as estimativas dos calores liberados por  $kg$  de oxigênio consumido durante a queima de parafina, polietileno e *HTPB*, levando-

se em conta as energias de ligação de moléculas destes combustíveis, com tamanho arbitrário.

### 2.2.1 Calor liberado por *kg* de $O_2$ consumido durante a queima de parafina

A Figura 2.1 representa a estrutura de uma molécula de parafina com  $n$  átomos de carbono e  $2n+2$  átomos de hidrogênio.

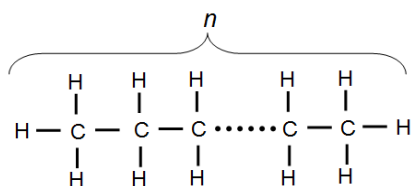


Figura 2.1 - Molécula de parafina.

Uma molécula de parafina possui somente ligações simples. Assim, cada átomo de carbono dentro da cadeia tem número de coordenação igual a 4 e não existe a possibilidade de novos átomos serem adicionados, sendo considerada saturada.

A quantidade de ligações em uma molécula de parafina é:

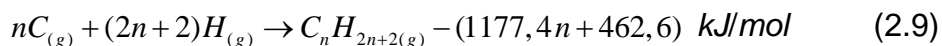
$$(n-1)(C-C) + (2n+2)(C-H) \quad (2.6)$$

Segundo Kuo (1986) a energia necessária para romper uma ligação de C-C é de  $357,4 \text{ kJ/mol}$  e a energia necessária para romper uma ligação de C-H é  $410,0 \text{ kJ/mol}$ , então a energia necessária para romper todas as ligações de uma molécula de parafina é dada por:

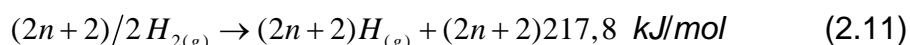
$$\Delta \bar{h}_{quebra} = (n-1)(-357,4) + (2n+2)(-410,0) \quad (2.7)$$

$$\Delta \bar{h}_{quebra} = 1177,4n + 462,6 \text{ kJ/mol} \quad (2.8)$$

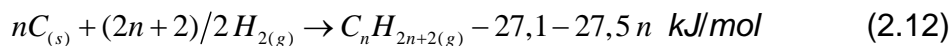
Portanto, a equação termoquímica para a formação da molécula de parafina a partir de átomos de hidrogênio e de carbono no estado gasoso pode ser escrita como:



No entanto, a entalpia de formação é calculada a partir de elementos no estado fundamental, ou seja, o hidrogênio deve ser diatômico gasoso e o carbono sólido. Tem-se então que:



Somando as Equações 2.9, 2.10 e 2.11 - consequência das leis de conservação de massa e energia, obtém-se:



Assim, a entalpia de formação da parafina na fase gasosa é:

$$\bar{h}_{f,C_nH_{2n+2}(g)}^o = -27,1 - 27,5 n \text{ kJ/mol} \quad (2.13)$$

A entalpia de formação da parafina sólida pode ser relacionada à entalpia de formação da parafina gasosa:

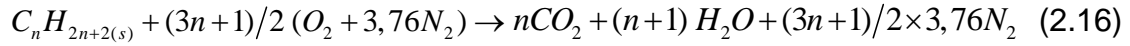
$$\bar{h}_{f,C_nH_{2n+2}(g)}^o = \bar{h}_{f,C_nH_{2n+2}(s)}^o + \Delta\bar{h}_{sub,C_nH_{2n+2}(s)} \quad (2.14)$$

onde,  $\Delta\bar{h}_{sub,C_nH_{2n+2}(s)}$  é o calor de sublimação da parafina.

Portanto, o calor de formação da parafina sólida é:

$$\bar{h}_{f, C_n H_{2n+2}(s)}^o = -27,1 - 27,5 n - \Delta \bar{h}_{sub, C_n H_{2n+2}(s)} \quad (2.15)$$

A queima da parafina em ar pode ser descrita pela equação química:



Logo, a entalpia padrão de combustão, em  $kJ/mol$  de  $C_n H_{2n+2}(s)$ , é dada por:

$$\bar{h}_{C_n H_{2n+2}(s)}^o = n \bar{h}_{f, CO_2}^o + (n+1) \bar{h}_{f, H_2 O}^o - \bar{h}_{f, C_n H_{2n+2}(s)}^o \quad (2.17)$$

Considerando os coeficientes estequiométricos da Equação 2.16, a entalpia padrão de combustão, em  $kJ/g$  de  $O_2$ , é dada por:

$$E = \frac{2}{M_{O_2} (3n+1)} \left( n \bar{h}_{f, CO_2}^o + (n+1) \bar{h}_{f, H_2 O}^o - \bar{h}_{f, C_n H_{2n+2}(s)}^o \right) \quad (2.18)$$

Substituindo  $\bar{h}_{f, C_n H_{2n+2}(s)}^o$  da Equação 2.15 em 2.18, tem-se, portanto, uma estimativa para o calor liberado por  $kg$  de  $O_2$  consumido durante a queima da parafina sólida.

$$E = 10^3 \left[ n \bar{h}_{f, CO_2}^o + (n+1) \bar{h}_{f, H_2 O}^o + 27,1 + 27,5 n + \Delta \bar{h}_{sub, C_n H_{2n+2}(s)} \right] / (48n + 16) \quad (2.19)$$

A Tabela 2.1 mostra as entalpias de sublimação de algumas parafinas.

No caso de  $n$  muito grande, tem-se:

$$E \cong 10^3 \left[ \bar{h}_{f, CO_2}^o + \bar{h}_{f, H_2 O}^o + 27,5 \right] / 48 = 10^3 (-393,522 - 241,827 + 27,5) / 48$$

$$E \cong -12,66 \times 10^3 \text{ kJ/kg de O}_2$$

Para  $n = 20$  (eicosano), obtém-se:

$$E = 10^3 [20(-393,522) + 21(-241,827) + 27,1 + 27,5 \times 20 + 170] / (48 \times 20 + 16)$$

$$E = 10^3 [-12948,807 + 747,1] / 976 = -12,5 \times 10^3 \text{ kJ/kg de O}_2.$$

A diferença para o valor médio encontrado por Huggett (1980),  $E = -13,1 \times 10^3 \text{ kJ/kg}$  é de -4,6%.

Tabela 2.1 - Entalpias de sublimação de algumas parafinas.

Parafina	$\Delta h_{sub} \text{ (kJ/mol)}$
n-dodecano ( $C_{12}H_{26}$ )	100
pentadecano ( $C_{15}H_{32}$ )	108
eicosano ( $C_{20}H_{42}$ )	170
n-docosano ( $C_{22}H_{46}$ )	172
n-tetracosano ( $C_{24}H_{50}$ )	162
n-pentacosano ( $C_{25}H_{52}$ )	174

Fonte: NIST (2011a).

### 2.2.2 Calor liberado por kg de $O_2$ consumido durante a queima de polietileno

Seja a molécula de polietileno mostrada na Figura 2.2 abaixo, contendo  $n$  átomos de carbono e  $2n$  átomos de hidrogênio:

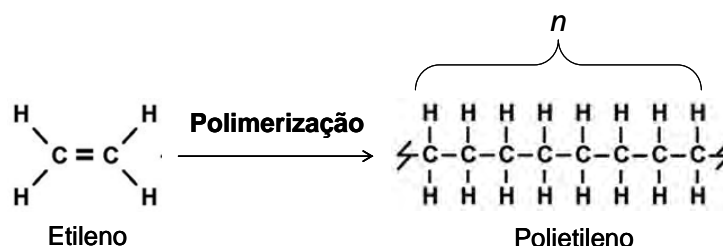


Figura 2.2 - Molécula de polietileno.

O polietileno, assim como a parafina, é uma molécula saturada e apresenta ligações intramoleculares fortes (covalentes) e intermoleculares fracas (Van der Walls). Quando o número de átomos de uma molécula é elevado, a intensidade das forças de Van der Walls é também elevada, pois existe um número maior de posições ao longo da molécula, e permite que forças secundárias do tipo dipolo-dipolo e de dispersão ocorram com maior probabilidade. Por esse motivo, a parafina que possui o número de átomos de carbono na ordem de 30 unidades, apresenta temperatura de fusão inferior ao do polietileno, que é constituído de milhares de átomos de carbono.

De fato, o polietileno, assim como a parafina, possuem 2 átomos de  $H$  nas extremidades da molécula. No entanto, a fórmula química do polietileno é dada por  $C_nH_{2n}$ , pois  $2n$  é muito maior que 2, ou seja,  $(2n+2)$  converge para  $2n$ .

A quantidade de ligações em uma molécula de polietileno é:

$$(n-1)(C-C) + 2n(C-H) \quad (2.20)$$

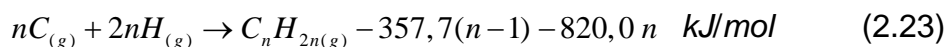
Logo, a energia necessária para romper todas as ligações é dada por:

$$\Delta \bar{h}_{quebra} = (n-1)(-357,4) + 2n(-410,0) \quad (2.21)$$

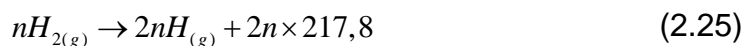
$$= -357,7(n-1) - 820,0n \quad kJ/mol \quad (2.22)$$



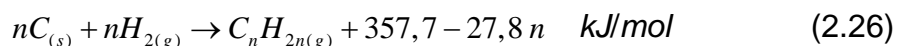
Consequentemente, pode-se escrever a equação termoquímica:



No entanto, a entalpia de formação é calculada a partir de elementos no estado fundamental, ou seja, o hidrogênio deve ser diatômico gasoso e o carbono sólido. Tem-se então que:



Somando as Equações 2.23, 2.24 e 2.25 - consequência das leis de conservação de massa e energia, obtém-se:



Logo, a entalpia de formação do polietileno gasoso é dada por:

$$\bar{h}_{f,C_nH_{2n}(g)}^o = 357,7 - 27,8n \text{ kJ/mol} \quad (2.27)$$

As entalpias de formação do polietileno sólido e do polietileno gasoso podem ser relacionadas por:

$$\bar{h}_{f,C_nH_{2n}(s)}^o = \bar{h}_{f,C_nH_{2n}(g)}^o - \Delta\bar{h}_{sub,C_nH_{2n}(s)} \quad (2.28)$$

onde,  $\Delta\bar{h}_{sub,C_nH_{2n}(s)}$  é o calor de sublimação do polietileno.

Portanto, a entalpia de formação do polietileno sólido é:

$$\bar{h}_{f, C_n H_{2n}(s)}^o = 357,7 - 27,8 n - \Delta \bar{h}_{sub, C_n H_{2n}(s)} \quad (2.29)$$

A queima do polietileno em ar pode ser descrita como:



Logo, a entalpia padrão de combustão, em  $kJ/mol$  de  $C_n H_{2n(s)}$  é dada por:

$$\bar{h}_{C_n H_{2n}(s)}^o = n \bar{h}_{f, CO_2}^o + n \bar{h}_{f, H_2O}^o - \bar{h}_{f, C_n H_{2n}(s)}^o \quad (2.31)$$

Considerando os coeficientes estequiométricos da Equação 2.30, a entalpia padrão de combustão, em  $kJ/g$  de  $O_2$ , é dada por:

$$E = \frac{2}{3nM_{O_2}} (n \bar{h}_{f, CO_2}^o + n \bar{h}_{f, H_2O}^o - \bar{h}_{f, C_n H_{2n}(s)}^o) \quad (2.32)$$

Substituindo  $\bar{h}_{f, C_n H_{2n}(s)}^o$  da Equação 2.29 em 2.32, tem-se, portanto, uma estimativa para o calor liberado por  $kg$  de  $O_2$  consumido durante a queima do polietileno sólido.

$$E = 10^3 \left[ n \bar{h}_{f, CO_2(g)}^o + n \bar{h}_{f, H_2O(g)}^o - 357,7 + 27,8 n + \Delta \bar{h}_{sub, C_n H_{2n}(s)} \right] / 48n \quad (2.33)$$

Considerando a massa molar do polietileno de alta densidade aproximadamente igual a  $200.000 \text{ g/gmol}$  e a massa molar de um mero igual a  $28 \text{ g/gmol}$  conduz a  $n=7142$ .

Como  $n$  é muito grande, o terceiro e o quinto termos do lado direito da equação anterior são desprezíveis em relação aos demais termos e, portanto,  $E \cong -12,7 \times 10^3 \text{ kJ/kg de } O_2$  para a queima de polietileno.

A diferença para o valor médio encontrado por Huggett (1980),  $E = -13,1 \times 10^3$  kJ/kg é de -3,0%.

### 2.2.3 Calor liberado por kg de $O_2$ consumido durante a queima de HTPB

Seja a molécula de HTPB, na Figura 2.3 abaixo, formada por  $3n$  moléculas de butadieno e  $2n$  radicais OH nas extremidades, onde  $n$  varia entre 30 e 80.

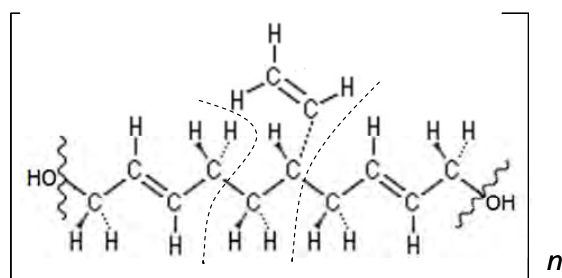


Figura 2.3 - Molécula de HTPB.

Fonte: Adaptado de Paterlini et al. (2002).

A quantidade de ligações em uma molécula de HTPB são:

$$18n (C-H) + 8n (C-C) + 3n (C=C) + 2n (C-O) + 2n (O-H) \quad (2.34)$$

Logo, a energia necessária para romper todas as ligações é dada por:

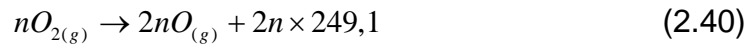
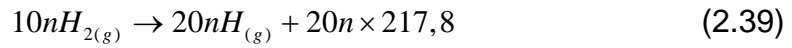
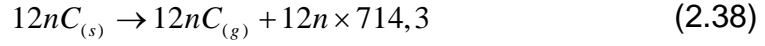
$$\Delta \bar{h}_{quebra} = 18n (-410,0) + 8n (-357,4) + 3n (-597,8) + 2n (-359,5) + 2n (-455,6) \quad (2.35)$$

$$= -13662,8 n \quad kJ/mol \quad (2.36)$$

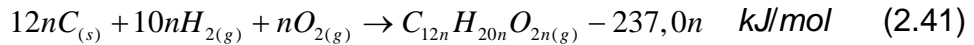
Consequentemente, pode-se escrever a equação termoquímica:



No entanto, a entalpia de formação é calculada a partir de elementos no estado fundamental, ou seja, o hidrogênio e o oxigênio devem ser diatômicos gasosos e o carbono sólido. Tem-se então que:



Somando as Equações 2.38, 2.39 e 2.40 - consequência das leis de conservação de massa e energia, obtém-se:



Logo, a entalpia de formação do *HTPB* gasoso é dada por:

$$\bar{h}_{f,C_{12}H_{20}O_2(g)}^o = -237,0n \text{ kJ/mol} \quad (2.42)$$

As entalpias de formação do *HTPB* líquido e do *HTPB* gasoso podem ser relacionadas por:

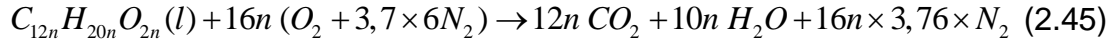
$$\bar{h}_{f,C_{12n}H_{20n}O_{2n}(l)}^o = \bar{h}_{f,C_{12n}H_{20n}O_{2n}(g)}^o - \Delta\bar{h}_{vap,C_{12n}H_{20n}O_{2n}(l)} \quad (2.43)$$

onde,  $\Delta\bar{h}_{vap,C_{12n}H_{20n}O_{2n}(l)}$  é o calor de vaporização do *HTPB* líquido.

Portanto, a entalpia de formação do *HTPB* líquido é:

$$\bar{h}_{f,C_{12n}H_{20n}O_{2n}(l)}^o = -237,0n - \Delta\bar{h}_{vap,C_{12n}H_{20n}O_{2n}(l)} \quad (2.44)$$

A queima do *HTPB* em ar pode ser descrita como:



Logo, a entalpia padrão de combustão, em *kJ/mol* de *HTPB*, é dada por:

$$\bar{h}_{C_{12n}H_{20n}O_{2n}(l)}^0 = 12n\bar{h}_{f, CO_2}^0 + 10n\bar{h}_{f, H_2O}^0 - \bar{h}_{f, C_{12n}H_{20n}O_{2n}(l)}^o \quad (2.46)$$

Considerando os coeficientes estequiométricos da Equação 2.45, a entalpia padrão de combustão, em *kJ/g* de  $O_2$ , é dada por:

$$E = \frac{1}{16n \times M_{O_2}} \left( 12n\bar{h}_{f, CO_2}^0 + 10n\bar{h}_{f, H_2O}^0 - \bar{h}_{f, C_{12n}H_{20n}O_{2n}(l)}^o \right) \quad (2.47)$$

Substituindo  $\bar{h}_{f, C_{12n}H_{20n}O_{2n}(l)}^o$  da Equação 2.44 em 2.47, tem-se, portanto, uma estimativa para o calor liberado por *kg* de  $O_2$  consumido durante a queima de *HTPB* líquido.

$$E = \frac{1}{16 \times 32} 10^3 (12\bar{h}_{f, CO_2}^0 + 10\bar{h}_{f, H_2O}^0 + 237,0 + \Delta\bar{h}_{vap, C_{12}H_{20}O_2(l)} / n) \quad (2.48)$$

$$E = \frac{1}{16 \times 32} 10^3 (12 \times (-393,522) + 10 \times (-241,827) + 237,0 + \Delta\bar{h}_{vap, C_{12}H_{20}O_2(l)} / n)$$

$$E = \frac{1}{16 \times 32} 10^3 (-6903,5 + \Delta\bar{h}_{vap, C_{12}H_{20}O_2(l)} / n) \quad (2.49)$$

Moura (2008) citou que o calor de formação do *HTPB* líquido é de 17,2 *kJ/mol*, que necessariamente é superior a entalpia de vaporização. Para *n* igual a 50, a segunda parcela da Equação 2.87 é, no máximo, igual a 0,34. Portanto, seu valor é aproximadamente 20300 vezes menor que primeiro termo podendo ser

desprezado e, portanto,  $E \cong -13,5 \times 10^3 \text{ kJ/kg de } O_2$  para a queima de *HTPB* líquido.

A diferença para o valor médio encontrado por Huggett (1980),  $E = -13,1 \times 10^3 \text{ kJ/kg}$  é de -3,1%.

## 2.3 Determinação da taxa de liberação de calor

### 2.3.1 Estimativa da taxa de liberação de calor

Parker (1982) apresentou, por meio de um relatório técnico, um método prático para a determinação da taxa de liberação de calor numa reação de combustão por meio da medida do oxigênio consumido. As equações usadas na determinação experimental da taxa de liberação de calor são desenvolvidas, inicialmente, para sistemas abertos, com medições genéricas de gases como  $CO_2$ ,  $CO$ ,  $H_2O$  e  $O_2$ . Assim, para um sistema aberto a coifa coletará todo o gás proveniente da combustão do material, mais uma quantidade de ar arbitrária no seu entorno.

Seja  $\dot{V}_A$  a taxa volumétrica na entrada do calorímetro e  $\dot{V}_s$  a taxa volumétrica dos gases de exaustão. É admitido que somente os gases  $O_2$ ,  $CO_2$ ,  $CO$ , e  $N_2$  são medidos pelos analisadores de gases, uma vez que a umidade dos gases de exaustão é retirada antes da medida nos analisadores.

Sejam  $\dot{n}_{O_2}^0, \dot{n}_{CO_2}^0, \dot{n}_{H_2O}^0$  e  $\dot{n}_{N_2}^0$  as taxas molares dos gases na entrada do sistema e  $\dot{n}_{O_2}^s, \dot{n}_{CO_2}^s, \dot{n}_{CO}^s$  e  $\dot{n}_{N_2}^s = \dot{n}_{N_2}^0$  as taxas molares dos gases de exaustão secos.

As frações molares dos gases na entrada do sistema são dadas por:

$$X_{O_2}^o = \frac{\dot{n}_{O_2}^o}{\dot{n}_{O_2}^o + \dot{n}_{CO_2}^o + \dot{n}_{H_2O}^o + \dot{n}_{N_2}^o} \quad (2.50)$$

$$X_{CO_2}^o = \frac{\dot{n}_{CO_2}^o}{\dot{n}_{O_2}^o + \dot{n}_{CO_2}^o + \dot{n}_{H_2O}^o + \dot{n}_{N_2}^o} \quad (2.51)$$

$$X_{H_2O}^o = \frac{\dot{n}_{H_2O}^o}{\dot{n}_{O_2}^o + \dot{n}_{CO_2}^o + \dot{n}_{H_2O}^o + \dot{n}_{N_2}^o} \quad (2.52)$$

$$X_{N_2}^o = \frac{\dot{n}_{N_2}^o}{\dot{n}_{O_2}^o + \dot{n}_{CO_2}^o + \dot{n}_{H_2O}^o + \dot{n}_{N_2}^o} \quad (2.53)$$

Das equações anteriores, tem-se que:

$$X_{O_2}^o + X_{CO_2}^o + X_{H_2O}^o + X_{N_2}^o = 1 \quad (2.54)$$

As taxas molares de  $O_2$ ,  $CO_2$ ,  $CO$  e  $N_2$  nos gases de exaustão entrando nos analisadores de gases são, respectivamente:

$$X_{O_2}^s = \frac{\dot{n}_{O_2}^s}{\dot{n}_{O_2}^s + \dot{n}_{CO_2}^s + \dot{n}_{CO}^s + \dot{n}_{N_2}^o} \quad (2.55)$$

$$X_{CO_2}^s = \frac{\dot{n}_{CO_2}^s}{\dot{n}_{O_2}^s + \dot{n}_{CO_2}^s + \dot{n}_{CO}^s + \dot{n}_{N_2}^o} \quad (2.56)$$

$$X_{CO}^s = \frac{\dot{n}_{CO}^s}{\dot{n}_{O_2}^s + \dot{n}_{CO_2}^s + \dot{n}_{CO}^s + \dot{n}_{N_2}^o} \quad (2.57)$$

É fácil verificar que:

$$\dot{V}_{ar} = \frac{V_{ar}}{t} = \frac{m_{ar}}{t \rho_{ar}} = \frac{n_{ar} M_{ar}}{t \rho_{ar}} = \frac{\dot{n}_{ar} M_{ar}}{\rho_{ar}} \quad (2.58)$$

Das equações 2.50 e 2.58 obtém-se a equação da vazão volumétrica ( $m^3/s$ ) para os analisadores de gases:

$$\dot{V}_{ar} = \frac{\dot{n}_{O_2}^o}{X_{O_2}^o} \frac{M_{ar}}{\rho_{ar}} \quad (2.59)$$

onde  $M_{ar}$  é a massa molar do ar em  $g/gmol$  e  $\rho_{ar}$  é a massa específica em  $kg/m^3$ , ambos a 25 °C.

Por definição, a depleção do oxigênio é dada por:

$$\phi = \frac{\dot{n}_{O_2}^o - \dot{n}_{O_2}^s}{\dot{n}_{O_2}^o} \quad (2.60)$$

Considerando a combustão completa, a taxa de liberação de calor é dada pela Equação 2.61 (BRYANT, 2008).

$$\dot{q} = \dot{m} \Delta H_C \quad (2.61)$$

onde  $\dot{m}$  é a massa de combustível consumida no processo de combustão em  $kg/s$  e  $\Delta H_c$  é o calor de combustão em  $kJ/kg$  de combustível consumido. Portanto, a unidade da Equação 2.61 é  $kJ/s$ .

Multiplicando-se o numerador e o denominador por  $m_{O_2}$ , tem-se:



$$\dot{q} = \frac{m_{Comb.}}{t} \cdot \frac{\bar{E}}{m_{Comb.}} \frac{m_{O_2}}{m_{O_2}} = \frac{\bar{E}}{m_{O_2}} \frac{m_{O_2}}{t} = E \frac{m_{O_2}}{t} = E \dot{n}_{O_2} M_{O_2} \quad (2.62)$$

onde  $\bar{E}$  é o calor liberado do material no processo de combustão,  $E$  é o valor médio do calor liberado por  $kg$  de oxigênio consumido e  $\dot{n}_{O_2}$  é a taxa molar de  $O_2$  que atinge o analisador de gases, ou seja,  $(\dot{n}_{O_2}^o - \dot{n}_{O_2}^s)$ . Portanto:

$$\dot{q} = E (\dot{n}_{O_2}^o - \dot{n}_{O_2}^s) M_{O_2} \quad (2.63)$$

Das equações 2.60 e 2.63, tem-se:

$$\dot{q} = E \phi \dot{n}_{O_2}^o M_{O_2} \quad (2.64)$$

Substituindo  $\dot{n}_{O_2}^o$  da Equação 2.59 na Equação 2.64, tem-se a Equação 2.65, que determina a taxa de liberação de calor para uma combustão completa.

$$\dot{q} = E' X_{O_2}^o \phi \dot{V}_A \quad (2.65)$$

onde,

$$E' = E \rho_{ar} \frac{M_{O_2}}{M_{ar}} \quad (2.66)$$

Substituindo  $E = 13,1 MJ/(kg O_2)$ ,  $\rho_{ar} = 1,19 kg/m^3$ ,  $M_{O_2} = 32 g/gmol$  e  $M_{ar} = 29 g/gmol$ , tem-se que  $E' = 17,2 MJ/(m^3 O_2)$ .

No caso de uma combustão incompleta, onde há a formação de  $CO$ , é necessária uma parcela,  $\lambda$ , do oxigênio original consumido para a oxidação do  $CO$  em  $CO_2$ . Portanto, à quantidade de calor liberado na Equação 2.65 deve-se

acrescentar uma fração,  $\lambda$ , desta energia e a equação da taxa de liberação de calor em uma *combustão completa* toma a forma abaixo:

$$\dot{q}_{comp} = E' (1 + \lambda) \phi X_{O_2}^0 \dot{V}_A \quad (2.67)$$

O calor adicional produzido na queima de CO em CO<sub>2</sub> é dado por:

$$\dot{q}_{CO} = E'' \lambda \phi X_{O_2}^0 \dot{V}_A \quad (2.68)$$

onde  $E''$  é calor liberado por mol de oxigênio consumido na queima de CO. Para sua determinação observa-se que o calor de formação ou entalpia de formação do CO<sub>2</sub> e CO são 393 kJ/mol de CO<sub>2</sub> e 110 kJ/mol de CO, que implica numa diferença de 283 kJ/mol de O<sub>2</sub>. Da Equação 2.69 tem-se que a quantidade de energia liberada por mol de O<sub>2</sub> consumido na queima de CO é  $E'' = 566 \text{ kJ/mol}$ , que equivale a  $E'' = 23,3 \text{ MJ/(m}^3 \text{ O}_2\text{)}$ .



Vale observar que o volume foi determinado pela expressão,  $V = (n_{O_2} R_0 T_0) / P_{amb}$ , considerando uma temperatura de 298 K, pressão atmosférica de 101325 Pa e  $R_0 = 8,314 \text{ Nm/molK}$ .

Assim, a taxa de liberação de calor para uma *combustão incompleta*, resulta da diferença das equações 2.67 e 2.68:

$$\dot{q} = \dot{q}_{comp} - \dot{q}_{CO} = [E' (1 + \lambda) - E'' \lambda] X_{O_2}^0 \phi \dot{V}_{ar} \quad (2.70)$$

ou

$$\dot{q} = [E' - \lambda(E'' - E')] X_{O_2}^0 \phi \dot{V}_{ar} \quad (2.71)$$

A fração,  $\lambda$ , por sua vez é dada por:

$$\lambda = \frac{\dot{n}_{CO}^s / 2}{\dot{n}_{O_2}^0 - \dot{n}_{O_2}^s} \quad (2.72)$$

Considerando-se as Equações 2.55, 2.57, 2.60 e 2.72, obtém-se:

$$\lambda = \frac{1 - \phi}{2\phi} \frac{X_{CO}^s}{X_{O_2}^s} \quad (2.73)$$

De 2.73 em 2.71, resulta em:

$$\dot{q} = \left[ \phi - \left( \frac{E'' - E'}{E'} \right) \left( \frac{1 - \phi}{2} \right) \frac{X_{CO}^s}{X_{O_2}^s} \right] E' X_{O_2}^o \dot{V}_A \quad (2.74)$$

O valor de  $\dot{V}_{ar}$ , dado em  $m^3/s$ , normalmente não pode ser medido, mas tão somente o valor de  $\dot{V}_s$ . Parker (1982, p. 15) sugere a utilização da seguinte relação entre estas grandezas:

$$\dot{V}_{ar} = \frac{\dot{V}_s}{(1 - \phi) + \alpha \phi} \quad (2.75)$$

onde  $\alpha$  é o fator de expansão devido à fração de  $O_2$  que sofreu depleção e seu valor médio é de 1,105 (adimensional).

Substituindo-se 2.66 e 2.75 em 2.74, obtém-se:

$$\dot{q} = \left[ \phi - \left( \frac{E'' - E'}{E'} \right) \left( \frac{1 - \phi}{2} \right) \frac{X_{CO}^s}{X_{O_2}^s} \right] \left( E \rho_{ar} \frac{M_{O_2}}{M_{ar}} \right) X_{O_2}^o \left( \frac{\dot{V}_s}{(1 - \phi) + \alpha \phi} \right) \quad (2.76)$$

Após substituições numéricas e fazendo-se  $X_{CO}^s = X_{CO}$  e  $X_{O_2}^s = X_{O_2}$ , tem-se a Equação 2.77 que fornece o valor da taxa de liberação de calor, por unidade de área, quando se medem as concentrações de  $O_2$ ,  $CO_2$  e  $CO$  e são eliminados o vapor d'água e os particulados dos gases de exaustão.

$$\dot{q}'' = 1,1 E X_{O_2}^o \left[ \frac{\phi - 0,172 (1 - \phi) \frac{X_{CO}}{X_{O_2}}}{(1 - \phi) + 1,105 \phi} \right] \dot{m}_s \quad (2.77)$$

onde  $\dot{m}_s = \rho_{gas} \dot{V}_s$ , experimentalmente dada por  $\dot{m}_s = C \sqrt{\frac{\Delta P}{T}}$ .  $C$  é a constante de calibração.

### 2.3.2 Depleção de $O_2$ em uma combustão incompleta

Inicialmente, somam-se as equações 2.56 e 2.57:

$$X_{CO_2}^s + X_{CO}^s = \frac{\dot{n}_{CO_2}^s + \dot{n}_{CO}^s}{\dot{n}_{O_2}^s + \dot{n}_{CO_2}^s + \dot{n}_{CO}^s + \dot{n}_{N_2}^o} \quad (2.78)$$

Eliminando-se  $\dot{n}_{CO_2}^s$  e  $\dot{n}_{CO}^s$  das equações 2.55 e 2.78, tem-se:

$$\dot{n}_{O_2}^s = \frac{X_{O_2}^s \dot{n}_{N_2}^o}{1 - X_{O_2}^s - X_{CO_2}^s - X_{CO}^s} \quad (2.79)$$

A Equação 2.60 pode ser escrita como:

$$\phi = 1 - \frac{1 - X_{O_2}^o - X_{CO_2}^o - X_{H_2O}^o}{X_{O_2}^o} \frac{\dot{n}_{O_2}^s}{\dot{n}_{N_2}^o} \quad (2.80)$$

Combinando-se 2.79 e 2.80:

$$\phi = \frac{\left[ X_{O_2}^o - X_{O_2}^s (1 - X_{CO_2}^o - X_{H_2O}^o) \right] / \left[ 1 - X_{CO_2}^s - X_{CO}^s \right]}{X_{O_2}^o \left[ 1 - (X_{O_2}^s / (1 - X_{CO_2}^s - X_{CO}^s)) \right]} \quad (2.81)$$

Considerando que o vapor d'água seja eliminado para medida da fração molar dos gases na entrada do calorímetro, e que o ambiente não contenha CO, as concentrações iniciais  $X_{O_2}^{0*}$  e  $X_{CO_2}^{0*}$  medidas são dadas por:

$$X_{O_2}^{0*} = \frac{\dot{n}_{O_2}^o}{\dot{n}_{O_2}^o + \dot{n}_{CO_2}^o + \dot{n}_{N_2}^o} \quad (2.82)$$

$$X_{CO_2}^{0*} = \frac{\dot{n}_{CO_2}^o}{\dot{n}_{O_2}^o + \dot{n}_{CO_2}^o + \dot{n}_{N_2}^o} \quad (2.83)$$

Combinando as equações 2.50, 2.51, 2.52, 2.82 e 2.83, tem-se:

$$X_{O_2}^0 = X_{O_2}^{0*} (1 - X_{H_2O}^0) \quad (2.84)$$

$$X_{CO_2}^0 = X_{CO_2}^{0*} (1 - X_{H_2O}^0) \quad (2.85)$$

Substituindo 2.84 e 2.85 em 2.81, tem-se:

$$\phi = \frac{X_{O_2}^{0*} - \frac{X_{O_2}^s (1 - X_{CO_2}^{0*})}{1 - X_{CO_2}^s - X_{CO}^s}}{X_{O_2}^{0*} \left( 1 - \frac{X_{O_2}^s}{1 - X_{CO_2}^s - X_{CO}^s} \right)} \quad (2.86)$$

Após simplificações e eliminando-se os superscritos "s" e "\*\*", a depleção do  $O_2$ , quando CO e  $CO_2$  são medidos e o vapor d'água é eliminado, é dada pela equação:

$$\phi = \frac{X_{O_2}^0 (1 - X_{CO_2} - X_{CO}) - X_{O_2} (1 - X_{CO_2}^0)}{X_{O_2}^0 (1 - X_{CO_2} - X_{CO} - X_{O_2})} \quad (2.87)$$

onde o superscrito "0" indica a medição da composição do ar na entrada do calorímetro e as variáveis sem superscritos são medidas na saída do calorímetro, isto é, nos gases de exaustão.

### 3 CARACTERÍSTICAS TÉCNICAS E OPERACIONAIS DO CALORÍMETRO CÔNICO

#### 3.1 Considerações iniciais

Os ensaios para determinação das características de inflamabilidade de materiais poliméricos, celulósicos, entre outros, podem ser realizados em calorímetros cônicos. A Figura 3.1 mostra a bancada com o calorímetro cônico instalada no laboratório de ensaios de combustão do INPE/LCP, desenvolvida inicialmente por Castro (2005).



Figura 3.1 - Bancada do calorímetro cônico do INPE /LCP.

A norma ASTM E 1354-03 (2003) descreve o método padrão para medida da taxa de liberação de calor e, também, da obscuração da fumaça produzida durante a pirólise ou queima de materiais ou produtos (NIST, 2010). O método se baseia na relação entre o calor de combustão e a quantidade de oxigênio necessária para a queima. Para cada  $kg$  de  $O_2$  consumido durante a combustão de hidrocarbonetos, aproximadamente  $13,1 \times 10^3$   $kJ$  são liberados (HUGGETT, 1980).

O escoamento do ar e dos gases provenientes da pirólise ou combustão de um material em teste no calorímetro, desde a entrada do ar no cone e na coifa até a saída da mistura de ar e produtos de pirólise e combustão pelo duto de exaustão, é indicado pelas setas da Figura 3.2. Para efeitos didáticos, a sequência descritiva dos componentes do calorímetro será realizada no percurso do escoamento a partir da entrada de ar no cone aquecedor e coifa.

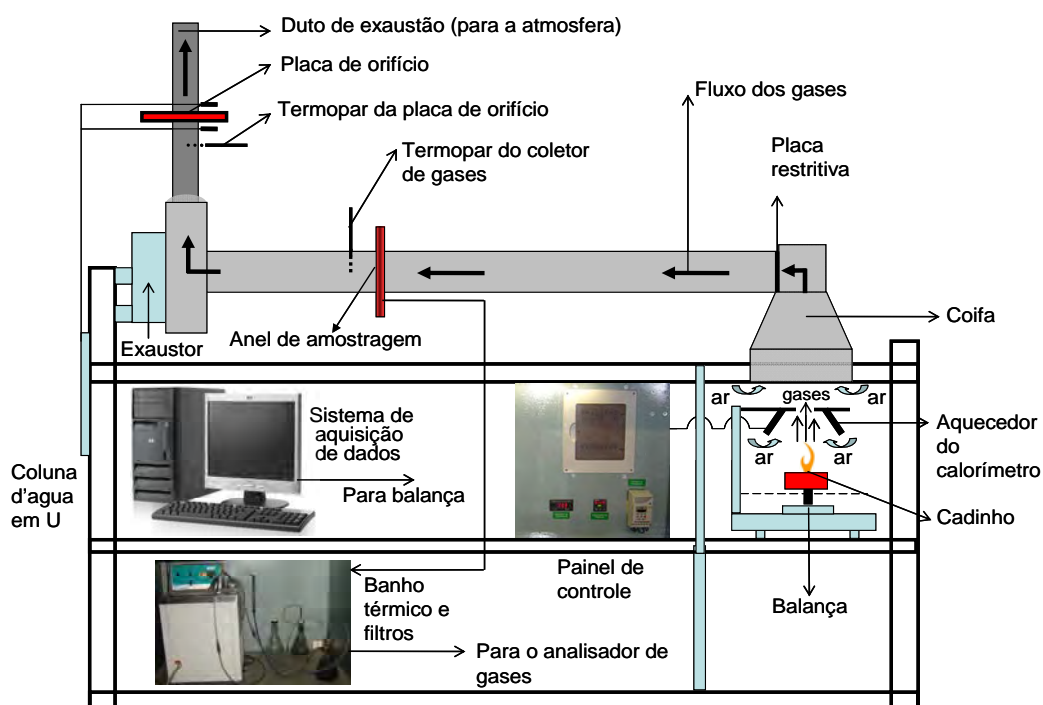


Figura 3.2 - Visão esquemática do calorímetro cônico do INPE/LCP.

Inicialmente, para aumento da qualidade e da confiabilidade dos dados obtidos nos testes com o calorímetro, foram realizados estudos sobre o efeito de variações no posicionamento e nas dimensões das amostras e sobre a geometria de alguns componentes do calorímetro. Os resultados desses estudos são apresentados ainda neste capítulo. Em seguida procedeu-se à calibração dos instrumentos e foi elaborado um procedimento detalhado para a realização de testes, apresentado no Apêndice A.

Nas próximas seções, procurou-se identificar as limitações envolvidas no processo de combustão e as principais grandezas metrológicas dos



equipamentos/instrumentos do calorímetro cônico, além de se ratificar ou implementar melhorias nas suas funções de operacionalidade.

### 3.2 Balança

A medição da massa foi realizada por meio de uma balança da marca GEHAKA, modelo BG 4400, conforme mostra a Figura 3.3. Sua faixa de operação é de 0 a 4040 g com divisões de 0,01 g. Sua calibração foi realizada pela empresa GEHAKA, certificado de calibração BA - 100323002/2010, Anexo A.

Verifica-se que, ao ligar o exaustor para realização dos ensaios, ocorre uma redução de até 1,0 g na massa medida pela balança devido ao escoamento do ar entrando no calorímetro, causado pelo acionamento do exaustor, com a conseqüente redução da pressão do ar sobre a balança.



Figura 3.3 - Balança BG 4400.

### 3.3 Placas refletoras

Duas placas refletoras estão presentes no calorímetro, conforme Figura 3.4. A placa superior (a), fabricada em aço 304 e revestida de uma camada de grafite flexível, é posicionada entre a base do cone aquecedor e o cadinho no início do aquecimento, por meio dos roletes (c). Sua finalidade é confinar a energia

irradiada do calorímetro, até que temperatura média das resistências atinja um valor proporcional a uma potência pré-determinada. Esse procedimento é fundamental para que se mantenham as condições iniciais em cada ensaio realizado.

A placa refletora inferior (b) corresponde às mesmas características do modelo previsto no item 6.7, alínea b, da norma ASTM E 1354-03 (2003), ou seja, polida. Sua função é refletir a energia incidente que é gerada no calorímetro (tronco de cone) e, conseqüentemente, proteger a balança, principalmente, com respeito ao seu limite de operação que é de 200 °C.

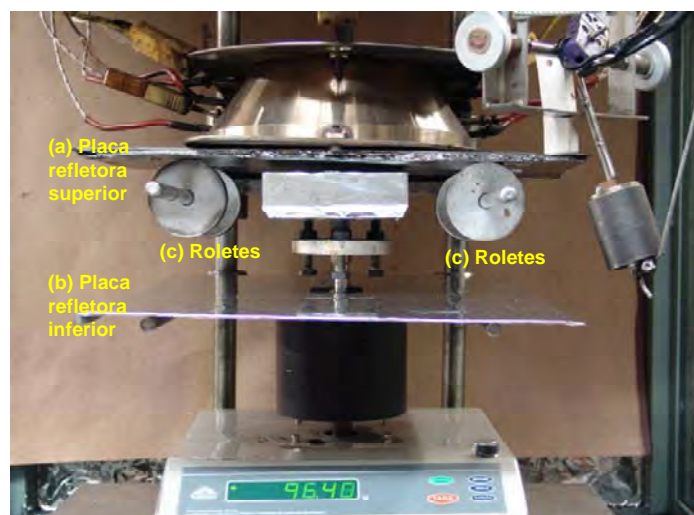


Figura 3.4 - Placa refletora superior (a); placa refletora inferior (b); e roletes (c).

### 3.4 Fator de forma

O fator de forma da radiação térmica é uma característica importante para a determinação da taxa de transferência de calor entre o cone aquecedor (tronco de cone) e a superfície exposta da amostra.

No Apêndice B são apresentadas as considerações teóricas sobre os fatores de forma de radiação térmica e as formulações para o caso de um tronco de cone e uma placa de área quadrada.

Na Figura 3.5 é apresentado um esquema com as principais dimensões do calorímetro e da amostra (uma placa de seção quadrada com lado de 100 *mm*).

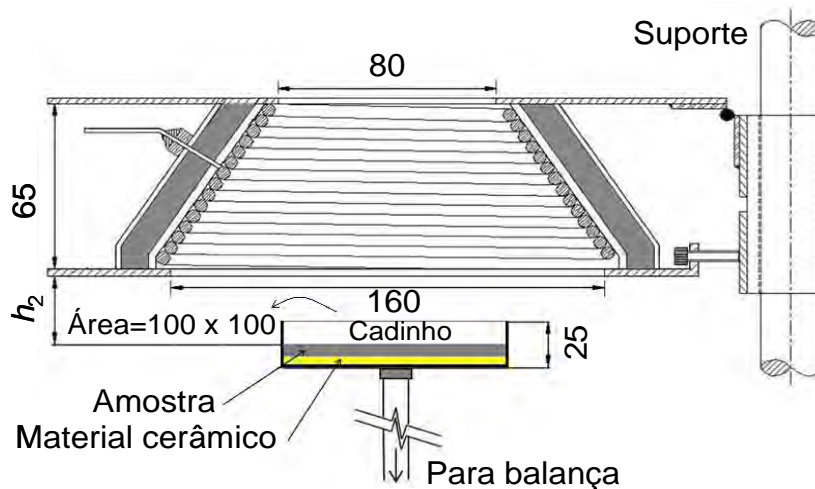


Figura 3.5 - Esquema do calorímetro cônico (medidas em *mm*).

Como as amostras são consumidas durante o processo de combustão, o fator de forma foi determinado considerando-se uma variação de  $h_2$  entre 25 *mm* e 35 *mm*, conforme indicado na Tabela 3.1. O fator de forma médio é de 0,2382 que conduz a variações percentuais de +5,3% e -5,4% para 25 e 35 *mm*, respectivamente.

Na Tabela 3.2 têm-se os resultados dos fatores de forma total para variações do lado da amostra em torno de 100 *mm*.

Pode-se verificar, das Tabelas 3.1 e 3.2, que as variações dos fatores de forma total em função do comprimento  $l$  são aproximadamente o dobro com respeito à variação de  $h_2$ , ou seja, o calorímetro cônico é mais sensível às variações do lado  $l$  da amostra que em relação à variação da distância  $h_2$ .

Tabela 3.1 - Efeitos da variação da distância  $h_2$  sobre o fator de forma total entre o cone aquecedor e a superfície da amostra de lado igual a 100 mm.

$h_2$ (mm)	Fator de forma total	Variação em relação ao fator de forma médio (%)
25	0,2509	+5,3
26	0,2484	+4,3
27	0,2459	+3,2
28	0,2434	+2,2
29	0,2408	+1,1
30	0,2383	0,0
31	0,2357	-1,1
32	0,2331	-2,1
33	0,2305	-3,2
34	0,2280	-4,3
35	0,2254	-5,4

Tabela 3.2 - Efeitos da variação do lado  $l$  da seção quadrada da amostra sobre o fator de forma total entre o cone aquecedor e a superfície da amostra, para  $h_2 = 25$  mm.

$l$ (mm)	Fator de forma total	Variação em relação a $l = 100$ mm (%)
94	0,2239	-10,7
95	0,2283	-9,0
96	0,2328	-7,2
97	0,2373	-5,4
98	0,2418	-3,6
99	0,2464	-1,8
100	0,2509	0,0
101	0,2555	1,8
102	0,2601	3,6
103	0,2647	5,5
104	0,2693	7,3
105	0,2739	9,1
106	0,2785	10,9

A Figura 3. mostra os resultados obtidos da distribuição da radiação térmica, por unidade de área, da superfície exposta de uma amostra de área quadrada em função da distância  $h_2$  (10, 20, 25, 30 e 40 mm) à base circular do calorímetro cônico. Devido à simetria do problema, apenas um quarto da superfície exposta é apresentada. Cada quadrante foi dividido em  $50 \times 50$

elementos diferenciais de lado igual a 2 mm. A ASTM E 1354-03 (2003) define  $h_2 = 25 \text{ mm}$  como a distância padrão entre a amostra e a base do calorímetro cônico.

Verifica-se uma redução significativa e contínua no fator de forma de radiação por unidade de área e, correspondentemente, do fluxo de calor incidente, sobre os elementos de área da superfície da amostra, quando a distância  $h_2$  aumenta de 10 mm para 40 mm.

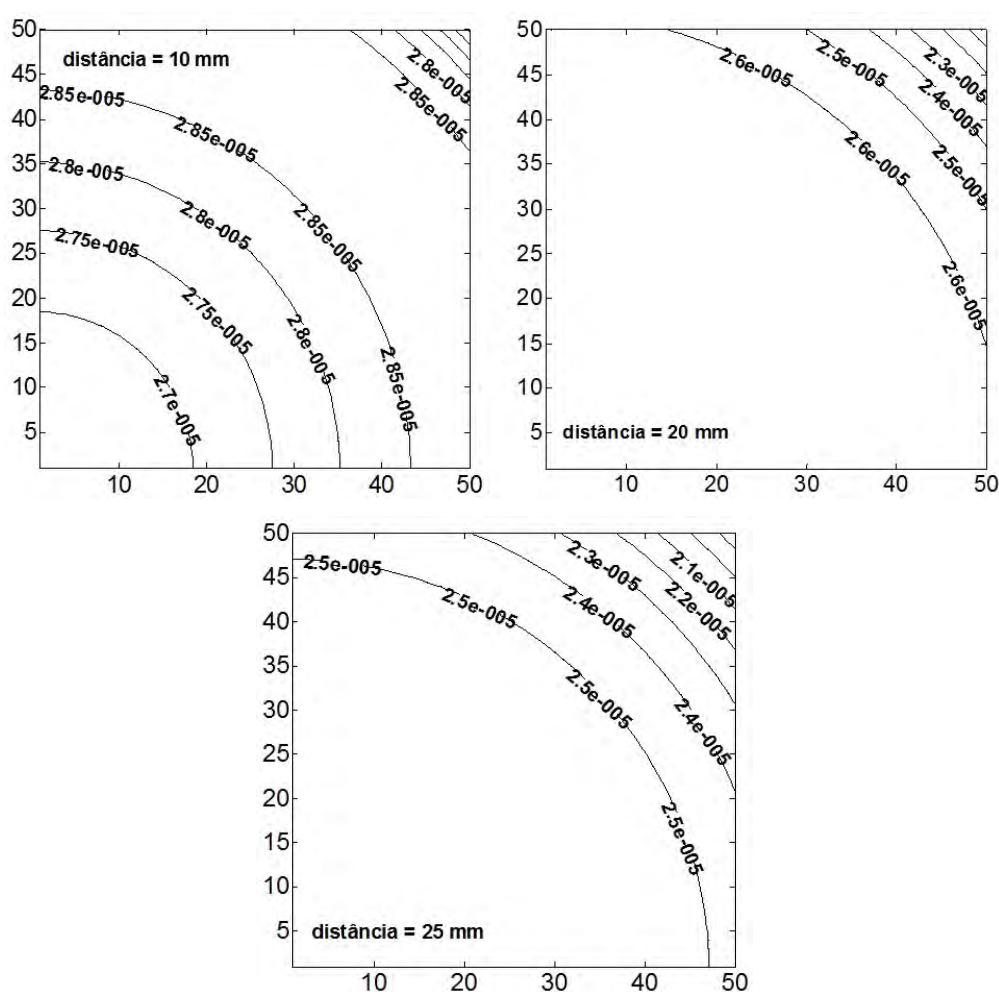


Figura 3.6 - Efeitos da variação da distância,  $h_2$ , entre a superfície da amostra e a base do calorímetro, com respeito a distribuição de radiação térmica (fator de forma) por unidade de área ( $\text{mm}^{-2}$ ).

(continua)

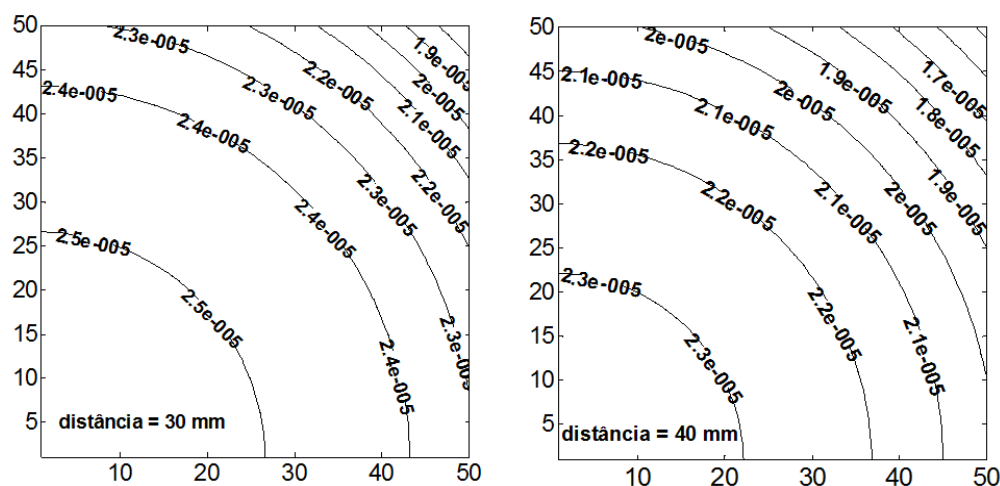


Figura 3.6 - Conclusão.

A Tabela 3.3 mostra uma redução e aumento em cerca de 15% e 12% no fator de forma de radiação térmica, quando a distância entre a amostra e a base do calorímetro aumenta de 25 *mm* a 40 *mm* e diminui de 25 *mm* a 10 *mm*, respectivamente. Observa-se uma diminuição no fator de forma de radiação em cerca de 34% quando o lado da amostra é reduzida de 100 para 80 *mm*, ou seja, 20% do comprimento inicial, *l*, e há também um aumento em cerca de 36% na radiação incidente quando o lado da amostra é aumentado de 22%, de 90 a 110 *mm*.

Tabela 3.3 - Efeitos da variação da distância  $h_2$  e do lado *l* da amostra sobre o fator de forma total entre o calorímetro cônico e amostra de área quadrada.

$h_2$ ( <i>mm</i> )	Fator de forma total ( <i>l</i> = 100 <i>mm</i> )	Variação em relação a $h_2 = 25$ <i>mm</i> (%)	<i>l</i> ( <i>mm</i> )	Fator de forma total ( $h_2 = 25$ <i>mm</i> )	Variação em relação a <i>l</i> = 100 <i>mm</i> (%)
10	0,2808	+11,91	80	0,1645	-34,44
20	0,2628	+4,70	90	0,2063	-17,78
25	0,2509	0,00	100	0,2509	0,00
30	0,2383	-5,02	110	0,2970	+18,37
40	0,2127	-15,22	120	0,3423	+36,42

Na Figura 3.7, tem-se a distribuição dos fatores de forma por unidade de área na direção diagonal de uma placa quadrada de 100 *mm* de lado e  $h_2$  variando de 10 *mm* até 40 *mm*.

Verifica-se que a radiação de distribuição de fluxo de calor é mais uniforme para  $h_2 = 20$  *mm* do que para  $h_2 = 25$  *mm*, que é a distância padrão prevista pela ASTM E 1354-03 (2003). O fator de forma, por unidade de área para  $h_2 = 25$  *mm* é cerca de  $2,60 \times 10^{-5}$  até 28 *mm* de raio. O fator de forma, por unidade de área para  $h_2 = 20$  *mm* é cerca de  $2,66 \times 10^{-5}$  até 38 *mm* de raio. O fator de forma total para  $h_2 = 25$  *mm* e  $h_2 = 20$  *mm* são 0,2509 e 0,2628, respectivamente, para amostras com  $(100 \times 100)$  *mm*<sup>2</sup> de áreas expostas.

Tomando como referência  $h_2 = 25$  *mm*, pode-se verificar que o fator de forma de radiação térmica no centro da amostra e na periferia é cerca de 3,5% e 23,9% maior, para  $h_2 = 10$  *mm*, e 10,0% e 27,9% menor, para  $h_2 = 40$  *mm*.

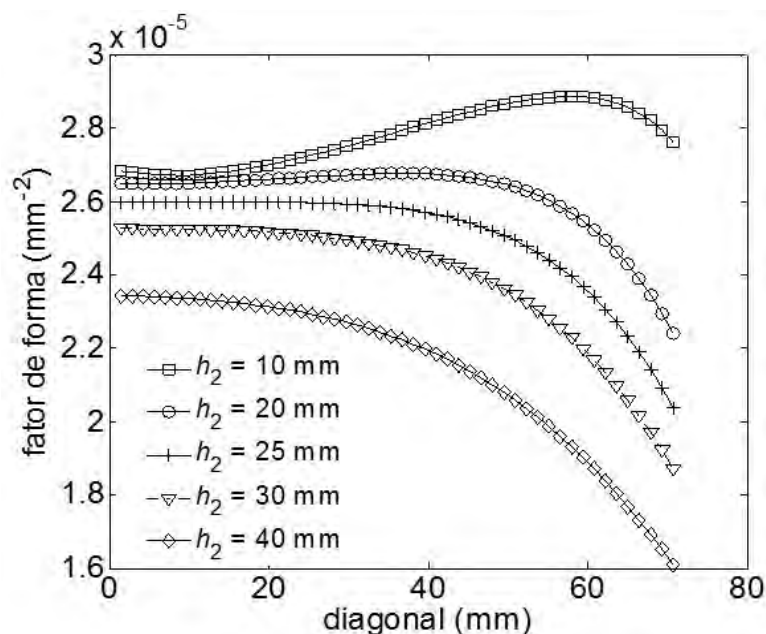


Figura 3.7 - Fator de forma por unidade de área ao longo da diagonal de uma placa quadrada.

O calor dissipado pela resistência elétrica é transferido em todas as direções, ou seja, para a própria superfície do cone aquecedor, para a amostra e para o ar no entorno, por condução, convecção e radiação.

A medida do fluxo de calor radiante sobre a amostra pode ser realizada diretamente com o auxílio de um fluxômetro. Entretanto, uma estimativa de seu valor pode ser conseguida, desprezada a parcela convectiva, por meio da equação de Stefan-Boltzmann:  $\dot{q} = \varepsilon \sigma F_{12} A_{cone} (T_{resistência}^4 - T_{amostra}^4)$ .

### 3.5 Cadinho

O cadinho proposto pela norma ASTM E 1354-03 (2003) não prevê erros provocados por posicionamento da amostra. Suas dimensões são mandatórias, conforme item 6.6.1, da referida norma e correspondem a 106 mm x 106 mm de área e 25 mm de altura, conforme Figura 3.8. Pelo item 8.1.1, as amostras deveriam ter as dimensões de 100 mm x 100 mm de área até 50 mm de espessura.

Com as referidas dimensões, é fácil verificar, que a amostra no interior do cadinho tem a possibilidade de variar a sua posição em até 5,6% simultaneamente nos dois eixos cartesianos do cadinho (caso limite).

O fator de forma entre o cone aquecedor e uma placa de seção quadrada, com as dimensões descritas na Figura 3.5, para  $h_2$  de 25 mm, é de 0,2509. Na situação limite de posicionamento da amostra, se verifica um fator de forma 0,23763, que corresponde a uma variação de -5,3% em relação ao valor de referência.



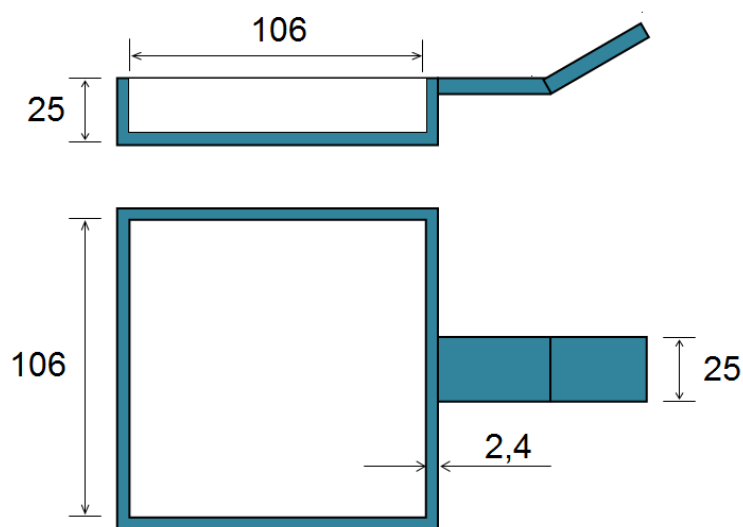


Figura 3.8 - Cadinho (medidas em mm).  
Fonte: ASTM E 1354-03 (2003).

Outro aspecto observado é que, dependendo da espessura da amostra, ocorre o seu escoamento ou respingamento para fora do cadinho, conforme Figura 3.9, devido à expansão do material ou borbulhamento dentro dele.

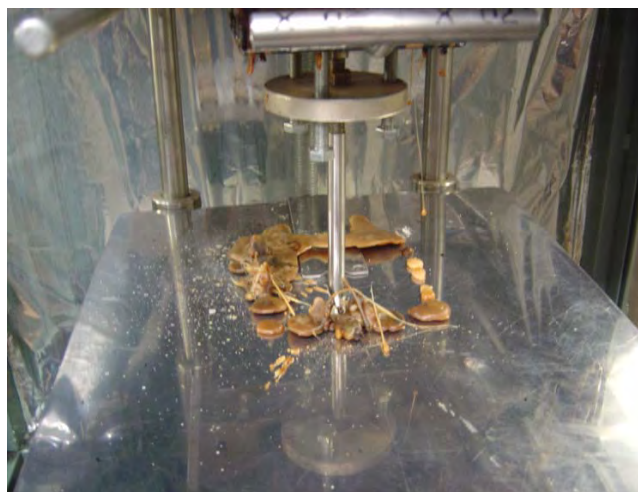


Figura 3.9 - Resíduos de polietileno sobre a placa refletora inferior.

Visando obter a melhor configuração do conjunto cadinho/amostra para a realização dos ensaios com materiais poliméricos, implementaram-se algumas modificações, conforme descrito a seguir.

O cadinho retangular utilizado nos ensaios foi construído utilizando-se aço 304 com dimensões internas laterais de projeto definidas em  $102,0\text{ mm} \times 102,0\text{ mm} \times 25,0\text{ mm}$ . As referidas dimensões tiveram o propósito de atenuar os erros causados pelo posicionamento da amostra no interior do cadinho. No entanto, por limitações dos processos de fabricação (fresamento e solda), as dimensões internas ficaram em  $102,8\text{ mm} \times 101,2\text{ mm} \times 25\text{ mm}$ .

Foram testados 4 cadinhos com áreas circulares e retangulares em aço 304 e alumínio 6061. A área da base do cadinho circular é igual a área retangular de  $102,8\text{ mm} \times 101,2\text{ mm}$ , que conduz a um diâmetro  $115,1\text{ mm}$ .

A norma ASTM E 1354-03 (2003) prevê uma placa de material cerâmico no interior do cadinho de densidade igual a  $65\text{ kg/m}^3$ , para reduzir os efeitos de condução na base. Provê também de uma camada externa de papel alumínio no entorno da amostra para reduzir os efeitos de radiação e uma alça para facilitar o manuseio. Observar que na Figura 3.10 há duas modificações com respeito à norma ASTM E 1354-03 (2003): a) foi retirada a alça do cadinho, que provocava uma distribuição irregular da temperatura; e b) foi retirado o papel alumínio sob a amostra e colocado externamente ao cadinho, pois ocorre o seu desprendimento durante a fusão da amostra.

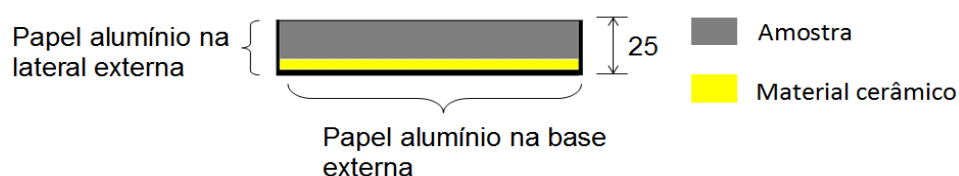


Figura 3.10 - Cadinho retangular.

Os ensaios foram realizados utilizando-se os quatro cadinhos e variando-se a espessura da amostra de parafina de  $10\text{ mm}$  até  $15\text{ mm}$ , para potências de aquecimento de  $1500\text{ W}$  e  $2100\text{ W}$ , sem ignição externa.

Na Figura 3.11 é apresentada a evolução da massa normalizada de amostras de parafina de 10 *mm* de espessura com cadinhos retangulares e circulares de aço e alumínio. Verifica-se que a redução de massa da amostra inicia primeiramente nos cadinhos de aço, tanto no retangular quanto no circular.

Entretanto, na Figura 3.12, da taxa de consumo de massa de parafina, verifica-se que os maiores picos das taxas de consumo de massa ocorrem nos cadinhos de alumínio.

Da energia irradiada do cone aquecedor que atinge o cadinho, parte se projeta sobre a amostra de parafina, parte nas suas laterais externas (largura de 25 *mm* revestidas pelo papel alumínio) e parte nas laterais internas (distância de 15 *mm* entre os topos da amostra e do cadinho e que aumenta com o consumo de massa).

Entre as propriedades térmicas sobre um corpo semitransparente pode-se citar: a) refletividade ( $\rho$ ) que corresponde a razão entre a energia refletida e a energia incidente; b) absortividade ( $\alpha^*$ ) que corresponde a razão entre a energia absorvida e a energia incidente; e c) transmissividade ( $\tau$ ) que corresponde a razão entre a energia transmitida e a energia incidente.

Da energia incidente nas laterais externas, uma fração é refletida pelo papel alumínio e outra é absorvida pelo material do cadinho. Não há a componente transmitida por se tratar de um corpo opaco.

O papel alumínio foi colocado na lateral externa de todos os cadinhos, portanto, pode-se considerar a mesma refletividade ( $\rho$ ) para todos eles. Neste caso, a única componente diferenciadora é a absortividade ( $\alpha^*$ ). Os cadinhos de alumínio e aço são bons condutores de calor com coeficientes de condutividade térmica de 204 *W/(mK)* e 17 *W/(mK)*, respectivamente, ou seja, o alumínio conduz aproximadamente 12 vezes mais que o aço.

No caso da energia incidente na lateral interna do cadinho a refletividade depende do material. Entretanto, sabe-se que a refletividade é inversamente proporcional à emissividade, pois quanto mais um objeto reflete a radiação, menos ele emite. Segundo Holmam (2002) as emissividades do alumínio e aço são, respectivamente, iguais a 0,09 e (0,54-0,63), ou seja, de forma inversa a refletividade do alumínio é aproximadamente 6 vezes maior que do aço.

Na Figura 3.11 verifica-se uma redução da massa primeiramente nos cadinhos de aço pelo fato de sua refletividade ser inferior à do alumínio e reter assim mais energia irradiada pelo aquecedor, além de conduzir mais calor vindo da parede externa.

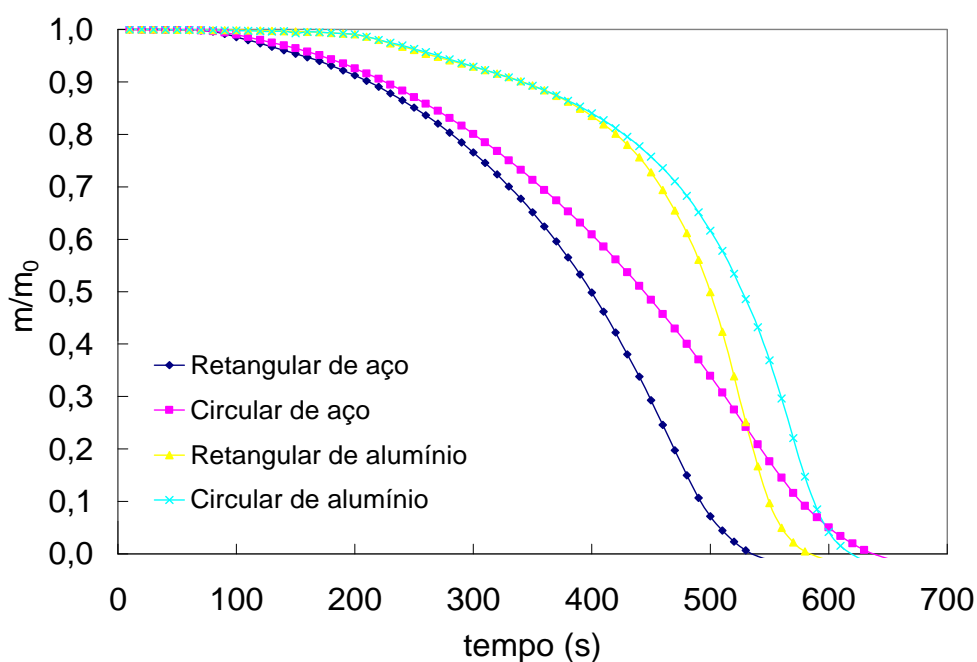


Figura 3.11 - Evolução da massa normalizada de amostras de parafina para potência de aquecimento de 2100 W, sem ignição externa, com diferentes cadinhos.

Na Figura 3.12, pode-se verificar que a ignição ocorre primeiramente nos cadinhos de aço também por reter mais e refletir menos a energia incidente.

Na presença da chama a energia incidente sobre a amostra e nas laterais internas do cadinho aumentam. Stoliarov et al. (2009) estimaram o fluxo de calor da chama como  $16 \text{ kW/m}^2$ , que é a média entre os seus resultados e os obtidos por Beaulieu e Dembsey (2008). Neste caso, a energia incidente nas laterais internas dos cadinhos de alumínio é tanto refletida quando conduzida de forma mais efetiva para todo o material, que lhe confere maiores taxas de aquecimento da amostra e consequentemente maiores taxas de consumo de massa.

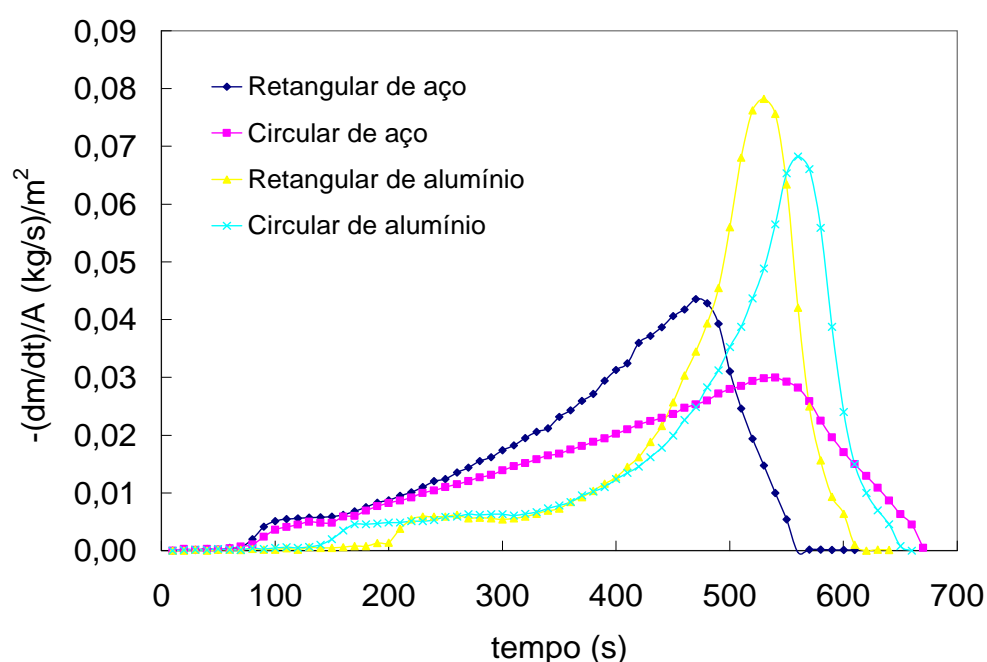


Figura 3.12 - Taxa de consumo de massa de amostras de parafina para potência de aquecimento de  $2100 \text{ W}$ , sem ignição externa com diferentes cadinhos.

O efeito atenuante da reflexão nas laterais internas do cadinho é mais efetivo no cadinho de aço, que poderia ser de formato retangular ou circular. No entanto, para poderem ser comparados os resultados do INPE/LCP com outras instituições de pesquisas, optou-se pelo cadinho retangular de aço com a configuração final da Figura 3.13, ou seja: com a placa de material cerâmico de  $7 \text{ mm}$  colocado na base e externamente ao cadinho, pois ocorre a interação da

amostra com pequenas partes de material refratário, papel alumínio na lateral externa e amostra com 10 *mm* de espessura.

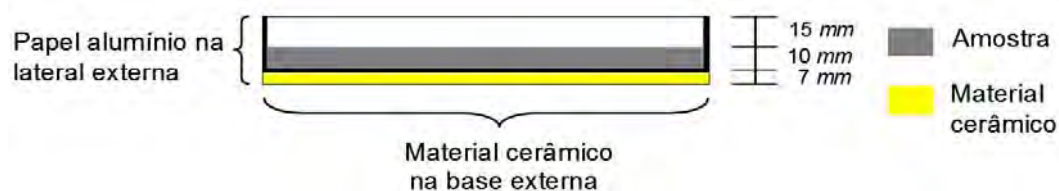


Figura 3.13 - Configuração final do cadinho retangular de aço.

Para verificação do efeito provocado pela variação da espessura da amostra no processo de combustão, foi realizado um estudo com amostras de espessuras iguais a 10 *mm*, 15 *mm* e 20 *mm*. Todos os ensaios, para este fim, foram realizados com potência de aquecimento de 2100 *W* sobre a superfície da amostra, usando a configuração da Figura 3.13 e sem ignição externa.

Da Figura 3.14, verifica-se que o tempo de queima ocorre como esperado, ou seja, a amostra com menor espessura ou massa, curva A, apresenta tempo de queima inferior às de espessuras superiores, curvas B e C.

No caso da medição da taxa de consumo de massa, Figura 3.15, as amostras com menores espessuras apresentaram maiores taxas de consumo, ou menores tempos de pico, pois há uma maior relação de energia por unidade de massa. Stoliarov et al. (2009) obtiveram os mesmos resultados para amostras de polimetilmetacrilato (*PMMA*), poliestireno de alto impacto (*PSAI*) e polietileno de alta densidade (*PEAD*). Todas as amostras apresentaram os mesmos valores de pico da taxa de consumo de massa e mesmos tempos de ignição.

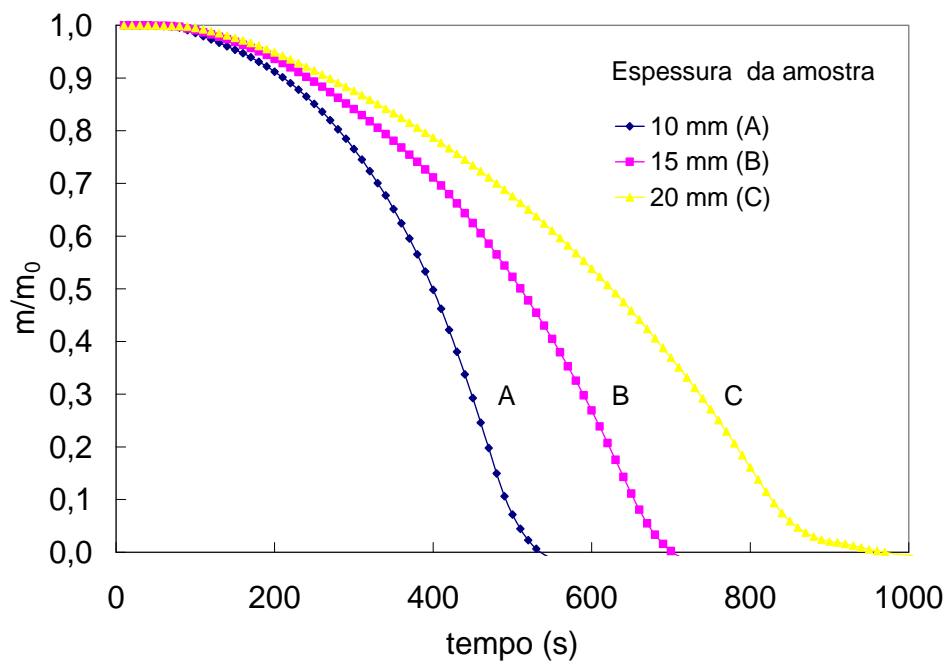


Figura 3.14 - Evolução da massa normalizada de parafina com variações da espessura, potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa.

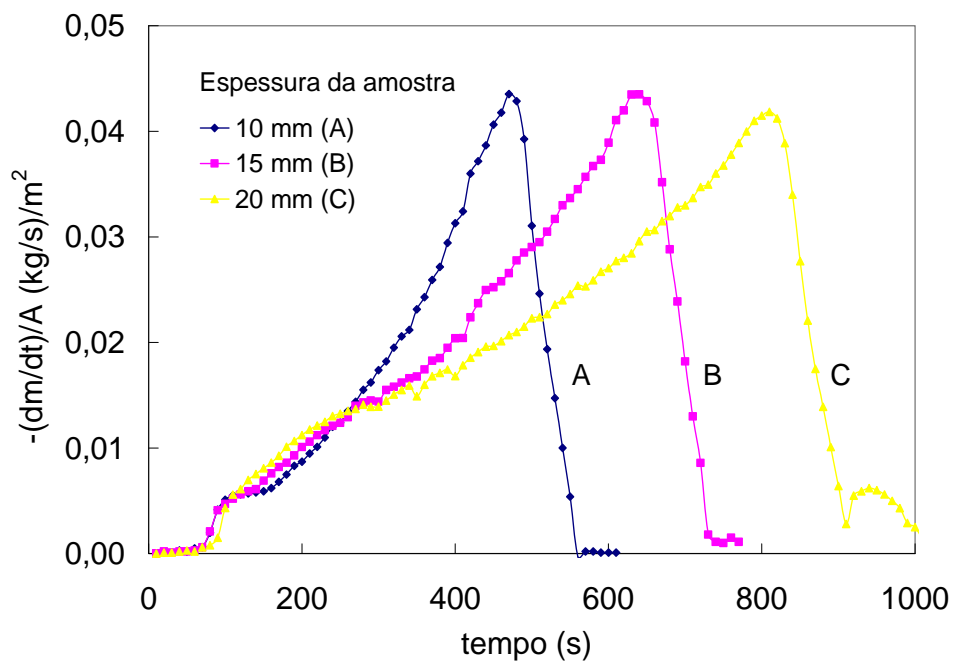


Figura 3.15 - Taxa de consumo de parafina, potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa.

Pode-se estimar a taxa de liberação de calor da parafina pelo produto da taxa de consumo de massa e seu respectivo calor de combustão,  $43,8 \text{ kJ/g}$ . Assim, embora a amostra com maior espessura (curva C) libere a maior quantidade de energia no tempo, apresenta o menor gradiente inicial da taxa de consumo. O desejável é que se convirja a curva C para curva A por meio da mudança de suas propriedades, com um consequente aumento dos picos da taxa de liberação de calor e do gradiente inicial da taxa de consumo de massa.

### 3.6 O cone aquecedor

O cone aquecedor do calorímetro é constituído por dois troncos de cone de aço inoxidável 304 concêntricos, com material isolante (fibra de vidro) entre eles.

Para medida e controle de temperaturas, além de um termopar posicionado no centro da base do cone aquecedor, foram utilizados mais três termopares do tipo  $k$  distribuídos simetricamente e tangenciando as resistências elétricas colocadas ao redor da parte interna do cone aquecedor, conforme mostra a Figura 3.16. Com isso se obteve um melhor controle da temperatura da resistência do calorímetro o que é imprescindível na limitação da potência total disponível.

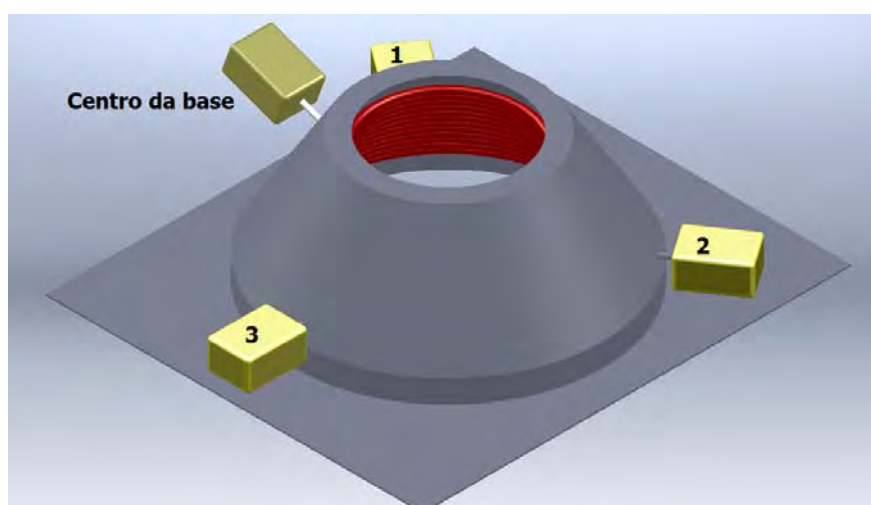


Figura 3.16 - Visão superior do calorímetro cônico.



Os termopares 1, 2 e 3 possuem bainha de aço inox 310, com  $\varnothing 3 \text{ mm} \times 75 \text{ mm}$ , temperatura máxima de operação de  $1100^\circ\text{C}$  e boa resistência à oxidação em altas temperaturas. A garantia do resultado de suas medidas é atestada pelos certificados de calibração 41872, 41873, 41874, respectivamente, conforme Anexo B.1.

O termopar localizado no centro da base do calorímetro possui dimensões de  $\varnothing 3 \text{ mm} \times 120 \text{ mm}$ . Logo após a retirada da placa refletora localizada entre a base do cone aquecedor e a amostra, na fase de pré-aquecimento, o sensor do termopar faz a medição da temperatura da região sob o cone aquecedor e dos gases provenientes da pirólise do material testado. Após a ignição ocorre um aumento súbito da temperatura na referida região devido à chama cruzar o sensor do termopar e o fluxo de calor proveniente da chama, se somar às componentes anteriormente citadas.

Apesar do termopar do centro da base atravessar a chama (que lhe confere temperaturas maiores que das resistências devido à condução do calor pela haste até o seu sensor) e operar em condições severas, a qualidade da sua informação é confiável, pois passou por um processo de calibração, conforme certificado 36540/2009, Anexo B.2, e também por esta calibração ter sido confirmada, por meio de sua verificação com o termopar 1, conforme Figura 3.17. Na faixa de operação da região da queima, a partir de  $400^\circ\text{C}$ , o maior erro da medição é de  $7^\circ\text{C}$

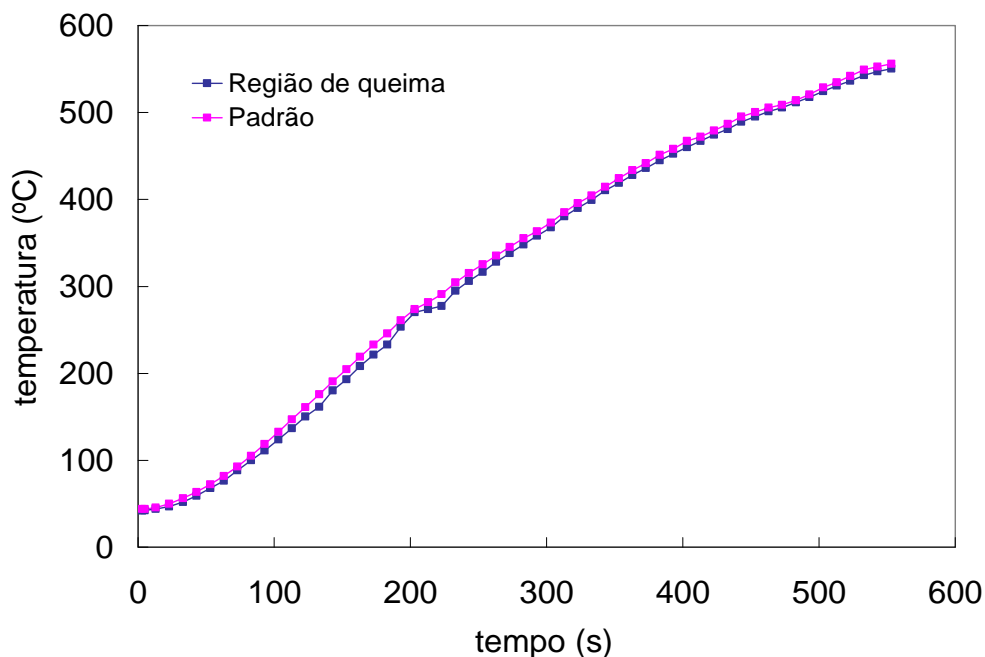


Figura 3.17 - Verificação do termopar da região de queima.

### 3.7 Resistência elétrica

O cone aquecedor (tronco de cone) do calorímetro possui três resistências ligadas em paralelo com valores nominais a frio de 33,0  $\Omega$ , 27,2  $\Omega$  e 26,0  $\Omega$ , dando uma resistência equivalente de 9,48  $\Omega$ . Com um multímetro digital Minipa ET-2082, certificado de calibração ME/382/10 apresentado no Anexo C, o valor medido da resistência equivalente foi de 9,5  $\Omega$ , portanto uma diferença de 0,2%.

As resistências são fabricadas com uma liga de *Nichrome* (80% de níquel e 20% de cromo) com revestimentos de óxido de magnésio e aço 304.

Dependendo do material as variações entre as resistências e as temperaturas podem apresentar os seguintes comportamentos: a) crescente e linear (metais); b) decrescente (carbono e o telúrio); e c) constante (*constantan* - liga de níquel, cobre e zinco). No caso do *Nichrome* as variações são crescentes e lineares segundo a Equação:

$$R = R_n (1 + \alpha_n (T - T_n)) \quad (3.1)$$

No Apêndice C pode-se verificar que para  $n = 0$  tem-se a resistência de referência,  $R_0$ , e o respectivo coeficiente de temperatura,  $\alpha_0$ , este determinado em função da temperatura inferida de resistência zero ( $T_i$ ) segundo Equação 3.2.

$$\alpha_0 = -\frac{1}{T_i} \quad (3.2)$$

Na Tabela 3.4, a resistência equivalente  $R_{0(\text{exp})}$  foi medida com o calorímetro momentaneamente desligado, após a temperatura média das 3 resistências atingirem incrementos de 50 °C, numa faixa de 0 a 650 °C.

Tabela 3.4 - Variação da resistência com a temperatura.

T (°C)	$R_{0(\text{exp})}$ (Ω)	$R_{0(\text{média})}$ (Ω)	$\Delta$ (%)
50	9,5	9,9	+3,7
100	10,0	10,1	+0,7
150	10,4	10,3	-1,1
200	10,5	10,5	0,1
250	10,9	10,7	-1,6
300	11,1	11,0	-1,3
350	11,3	11,2	-1,1
400	11,4	11,4	-0,1
450	11,6	11,6	0,1
500	11,9	11,8	-0,6
550	12,0	12,1	+0,4
600	12,1	12,3	+1,4
650	12,3	12,5	+1,6

Da curva experimental da resistência equivalente em função da temperatura média, Figura 3.18, obteve-se a sua reta média e, portanto, as suas

resistências médias,  $R_{0(\text{média})}$ . Na faixa entre 400 °C a 650 °C, que é a comumente utilizada, o erro máximo é de 1,6%.

A temperatura inferida de resistência zero do *Nichrome* foi determinada extrapolando-se a reta média, da Figura 3.18. Na Figura 3.19 pode-se verificar a temperatura  $T_i$ .

Para  $R_i = 0 \Omega$ , tem-se  $T_i = -2188$  °C e de  $\alpha_0 = -1/T_i$  (Equação 3.2) implica em  $\alpha_0 = 0,000457$ .

Do Apêndice C, verifica-se que para a temperatura inferida de resistência zero para o *Nichrome* é de  $-2270$  °C e coeficiente de temperatura de  $0,00044$  ( $1/^\circ\text{C}$ ), o que conduz, portanto, um erro de +3,6% e -3,9%, respectivamente.

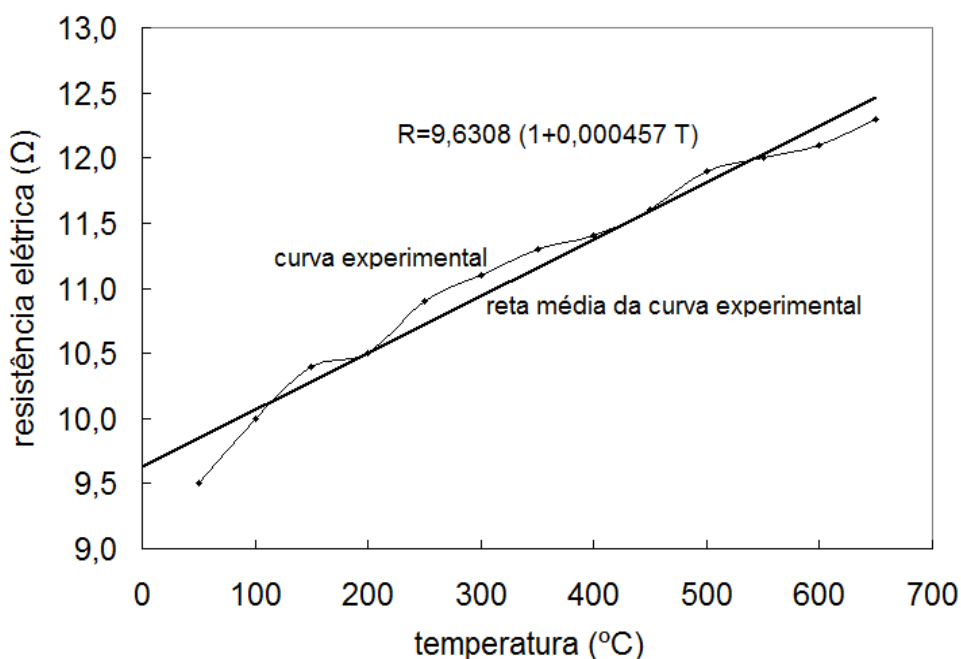


Figura 3.18 - Curvas experimental e média, da resistência equivalente para temperaturas médias de uma liga de *Nichrome*.

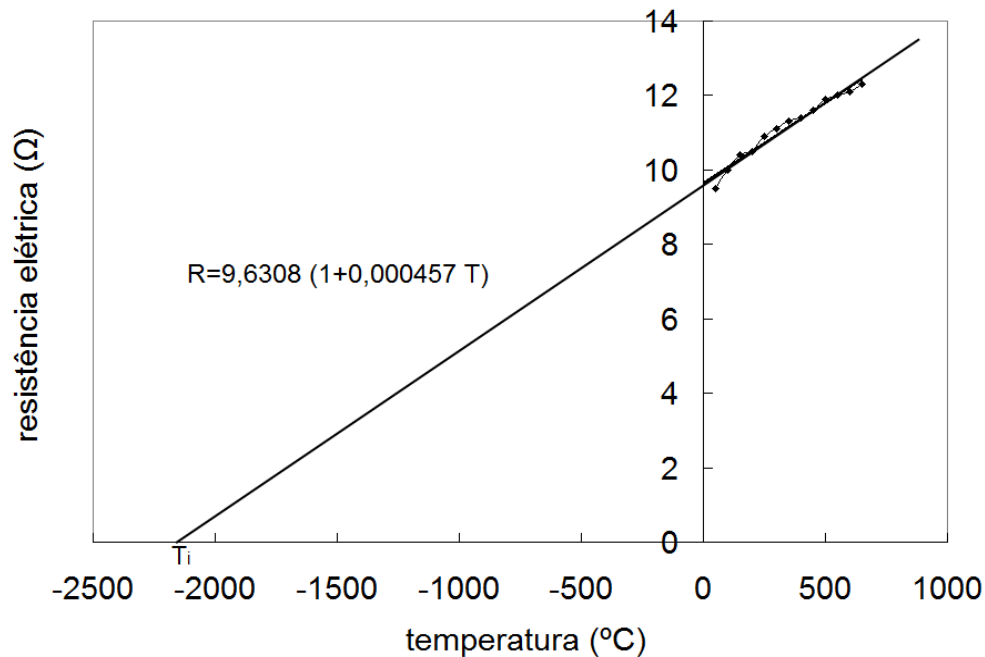


Figura 3.19 - Temperatura inferida de resistência zero do *Nichrome*.

### 3.8 Sistema de controle de potência do calorímetro

O sistema de controle de potência do calorímetro tem por finalidade manter a potência elétrica selecionada pelo operador de forma prática, segura e confiável, uma vez que as características de inflamabilidade das amostras dependem diretamente da quantidade de energia térmica radiante que as atinge.

Dois tipos de problemas estão presentes no controle da potência de aquecimento:

- a) os valores das resistências elétricas podem variar no processo de fabricação, variando-se assim a potência máxima esperada (falha de projeto); e
- b) os valores das resistências elétricas variam com o aquecimento durante os ensaios, variando-se assim a potência real utilizada.

Sabe-se que a potência liberada pelo circuito elétrico é dada por:

$$P = RI^2, \text{ ou } P = UI, \text{ ou } P = U^2/R \quad (3.3)$$

Portanto, o controle da potência pode ser feito simplesmente variando-se ou a tensão ( $U$ ), ou a resistência ( $R$ ), ou a corrente ( $I$ ).

A representação matemática da onda de tensão em corrente alternada (CA) é dada por:

$$v(t) = V \text{ sen}(2\pi f t + \phi_v) \quad (3.4)$$

onde,

$V$  = amplitude da onda senoidal

$f$  = frequência da onda senoidal

$t$  = tempo

$\phi_v$  = ângulo de fase

Na prática, a tensão em corrente alternada (CA) é representada pelo valor eficaz ( $V_{ef}$ ) que é o valor quadrático médio desse sinal elétrico ( $V_{rms}$ ):

$$V_{ef} = \frac{V}{\sqrt{2}} \quad (3.5)$$

Se a tensão de corrente contínua ( $V_{CC}$ ) transfere uma potência  $P$  para uma determinada carga, então uma tensão de corrente alternada ( $V_{ef}$ ) irá fornecer a mesma potência média  $P$  para a mesma carga, caso em que  $V_{CC} = V_{ef}$ . Por este motivo, *rms* é o modo normal de medição de tensão em sistemas de potência CA.

Portanto, a tensão utilizada de 220 V de tensão em corrente alternada corresponde ao valor eficaz ( $V_{ef}$ ) ou *rms* e produz o mesmo efeito joule, para uma determinada carga resistiva, que uma tensão de corrente contínua de 220 V.

Os valores de tensão em corrente alternada lidos em multímetros convencionais, neste caso 220 V, de tensão em corrente alternada, para determinação da potência média  $P$ , já são apresentadas no valor eficaz ( $V_{ef}$ ) ou *rms*.

A equação  $P = U^2/R$ , combinada com a equação 3.1, resulta em:

$$P = U^2/R_n(1 + \alpha_n(T - T_n)) \quad (3.6)$$

Verifica-se que  $P$  varia de forma inversa com a resistência elétrica, e essa diretamente com a temperatura. A temperatura e a resistência elétrica são grandezas de difícil controle e variam continuamente durante os ensaios, o que implica numa variação de  $P$ . Além disso, o calorímetro foi projetado para utilizar uma fonte de tensão de 220 V. Assim, a variável de mais fácil controle seria a corrente elétrica ( $I$ ).

O controle, inicialmente, era realizado por um controlador de potência modelo WATTLOW 96 e um módulo de potência também da marca WATTLOW, para energizar 3 (três) resistências ligadas em paralelo com resistência equivalente de  $9,5 \, \Omega$  e uma potência máxima resultante de 5094,7 W, calculada em função da tensão da rede elétrica de  $V_{ef} = 220 \, V$  de tensão em corrente alternada (CA).

Como a variação da temperatura não era contemplada, o procedimento de operação dessa unidade consistia em selecionar uma determinada

porcentagem de potência de saída de forma linear, ou seja, de 0 a 100% da potência total liberada pelo circuito de aquecimento.

O sistema acionava a carga resistiva, proporcionalmente ao percentual de potência aplicada. A energia elétrica era habilitada ou desabilitada numa razão direta da potência selecionada. Por exemplo, para uma potência de 50% o circuito fica 50% ligado e 50% desligado. A arquitetura inicialmente utilizada está indicada na Figura 3.20.

Com esta configuração, percebe-se que o controlador de potência (a) não é realimentado, induzindo o operador a acreditar que a potência enviada pelo transformador de potência (b) (em %) seria a potência real nas resistências do calorímetro, já que as variações nas resistências não são consideradas.

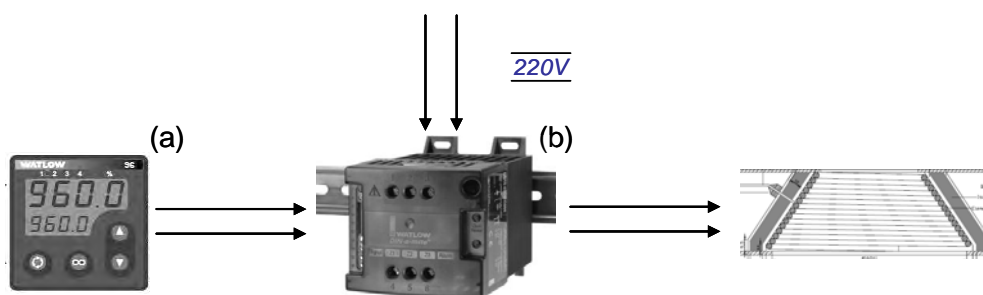


Figura 3.20 - Esquema de controle de potência sem retroalimentação.

Devido aos fatores limitadores do sistema de controle de potência do calorímetro mencionados foi implementado o esquema de ligações com realimentação, mostrado na Figura 3.21.

Nessa configuração, o controlador de potência (a) e o transformador de potência (b) são os mesmos da arquitetura anterior. No entanto, foram inseridos um conversor de potência (c), um transdutor de tensão (d) e um transdutor de corrente (e).



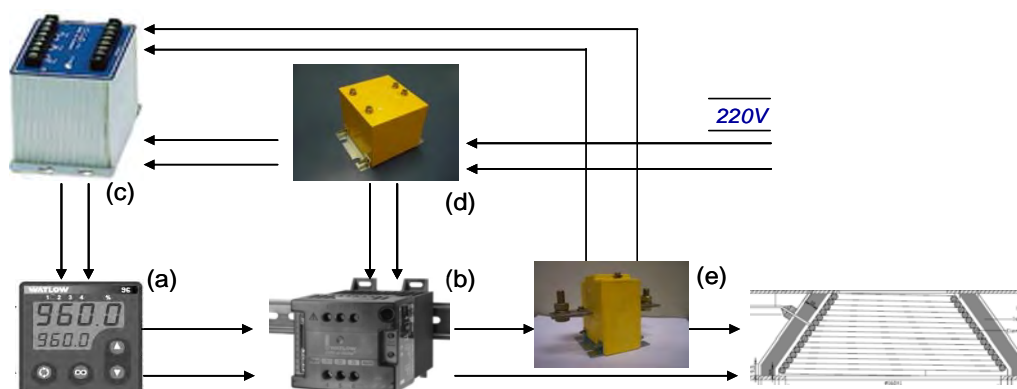


Figura 3.21 - Esquema de controle de potência com retroalimentação.

O conversor de potência (c) efetua o cálculo da potência pela fórmula  $P = UI$  dinamicamente, utilizando as leituras de saída dos transdutores de tensão (d) e corrente (e). Os transdutores apenas medem a tensão e corrente, que se modificam ao longo do tempo devido às variações da temperatura e da resistência. O conversor de potência (c) é que atua no controlador de potência (a) para manter o valor da potência pré-definida enquanto que o transformador de potência (b) aciona a carga resistiva.

Com as novas configurações de controle de potência do calorímetro, foram realizadas medições das temperaturas, conforme Tabela 3.5 e Figura 3.22, em função das porcentagens do controlador de potência em passos de 2,5% até aproximadamente 600 °C, que corresponde à temperatura limite de operação fornecida pelo fabricante.

A coluna relativa a  $T(^{\circ}\text{C})$  indica a temperatura média nas superfícies das resistências para cada valor percentual do controlador de potência.

A coluna relativa à  $R(\Omega)$ , corresponde aos valores das resistências obtidas a partir da Equação 3.1,  $R = 9,5 (1 + 0,000457 T)$ .

A coluna relativa à **Potência máxima**, curva 1, corresponde à potência máxima disponível para uma determinada temperatura e resistência. Caso a resistência não variasse com a temperatura, seu valor seria constante e igual a 5095 W.

A coluna relativa à **Percentagem da potência máxima**, curva 2, corresponde ao percentual da potência máxima disponível caso a resistência não variasse com a temperatura e decorre da aplicação direta do controle da potência sem retroalimentação. Ela equivale ao produto das colunas de (%) e o valor fixo de 5095 W. Assim para uma potência disponível de 1500 W e 2100 W equivale a selecionar 29,4% e 41,2%, respectivamente, no controlador de potência.

A coluna relativa à **Correção**, calculada de  $(5095 - Pot(T))/5095$ , corresponde às variações relativas entre a potência máxima com  $R_0 = cte$  e as potências máximas disponíveis considerando as variações da resistência e da temperatura.

A curva 3, simétrica a curva 1, corresponde à **Potência máxima corrigida**. Ela equivale ao valor da potência máxima necessária para corrigir os efeitos da temperatura tomando como base os valores da **Correção**. Caso as resistências fornecessem as referidas potências e considerando as suas variações com a temperatura, a potência máxima convergiria para 5095 W.

A coluna relativa à **Percentagem da potência máxima corrigida** corresponde à curva 4. Ela equivale ao produto da coluna de (%) e a coluna **Potência máxima corrigida**.

A coluna relativa à **Potência real**, curva 5, é a potência real disponível onde os efeitos da temperatura sobre a resistência são compensados e decorre da aplicação da arquitetura de controle de potência com retroalimentação. Foi obtida da leitura direta no controlador de potência para cada valor percentual.

Observa-se uma diferença entre a **Percentagem da potência máxima corrigida**, curva 4, e a **Potência real**, curva 5. Na faixa usual de operação de 400 a 600 °C o erro máximo é de 7,8%.

Tabela 3.5 - Resultados das medições das temperaturas em função do percentual do controlador de potência.

%	T (°C)	R (Ω)	Potência máxima (W) (curva 1)	Percent. pot. max. (W) (curva 2)	Correção	Pot. max. corrigida (W) (curva 3)	Percent. pot. max. corrigida (W) (curva 4)	Potência real (W) (curva 5)
0	25	9,5	5095	0	0,000	0	0	0
10,0	265	10,7	4544	509	0,108	5645	565	490
12,5	310	10,8	4462	637	0,124	5727	716	650
15,0	345	11,0	4401	764	0,136	5789	868	800
17,5	384	11,2	4334	892	0,149	5856	1025	970
20,0	416	11,3	4281	1019	0,160	5909	1182	1110
22,5	451	11,5	4224	1146	0,171	5966	1342	1260
25,0	484	11,6	4172	1274	0,181	6018	1504	1440
27,5	510	11,7	4131	1401	0,189	6058	1666	1590
30,0	533	11,8	4096	1528	0,196	6093	1828	1755
32,5	550	11,9	4071	1656	0,201	6118	1988	1845
35,0	571	12,0	4040	1783	0,207	6149	2152	1995
37,5	612	12,2	3981	1911	0,219	6209	2328	2300

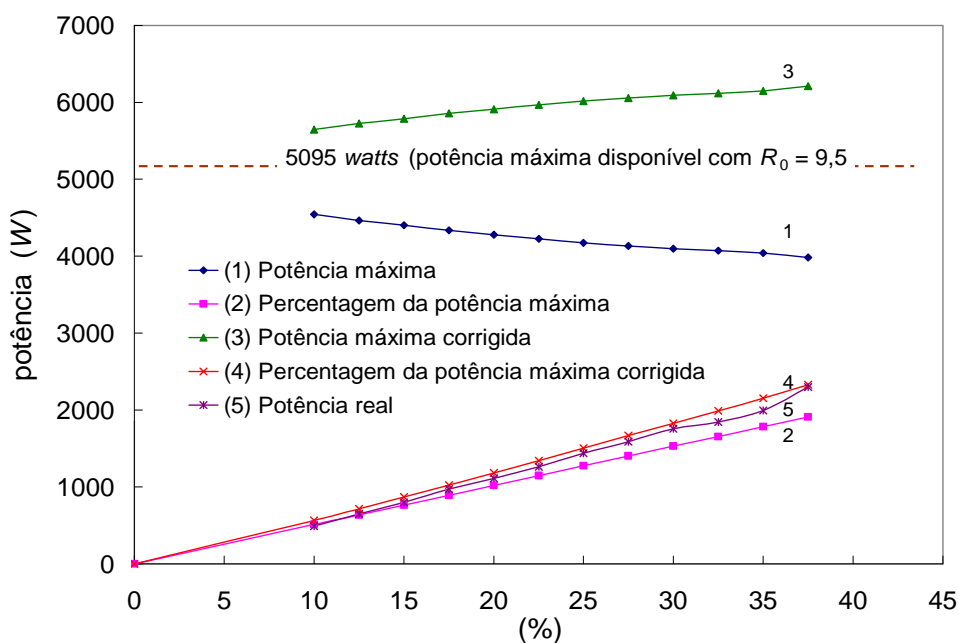


Figura 3.22 - Potências máximas disponíveis em função do percentual do controlador de potência.

Com a implementação da arquitetura do controle de potência com retroalimentação houve um aumento da inclinação da curva de percentagem da potência máxima, da curva 2 para a curva 5.

Da curva 5, verifica-se que para as potências de 1500 W e 2100 W, os valores percentuais do controlador de potência são de 26,0% e 36,0%, respectivamente, ou seja, valores menores em relação à arquitetura sem retroalimentação.

No decorrer do tempo, a resistência equivalente sofre elevação do seu valor a frio e, conseqüentemente, a quente, devido sua degradação natural por fadiga. A curva 5 diminuirá a sua inclinação necessitando de uma nova verificação.

Para exemplificar, deseja-se gerar uma potência de 2100 W, utilizando-se as informações da curva 5, da Figura 3.22. Para isso basta selecionar 36% no controlador de potência. No decorrer do tempo, verificou-se que para se manter uma potência de 2100 W há a necessidade da seleção de 37,5% no controlador de potência. Daí que há duas possibilidades para a referida seleção: a) ou se determina uma nova curva (processo de verificação) e se insere o valor percentual desejado para uma determinada potência; b) ou se utiliza a curva 5 e se efetuam os ajustes finos necessários, neste exemplo, 37,5%. Neste trabalho foi utilizada a opção "b" dada a dificuldade de se realizar rotineiramente a verificação do sistema de potência.

### **3.9 Ignitor externo**

O ignitor externo é o equipamento que fornece potências adicionais a amostra em teste quando submetida, concomitantemente, à energia radiante do calorímetro no início dos ensaios.

O ignitor foi construído a partir de um centelhador de fogão vendido comercialmente. No início de cada ensaio, fica posicionado a 1 *cm* do centro e a 15 *mm* da amostra e sua operação está descrita no Apêndice A, item 4.5. Da mesma forma que o modelo de referência o ignitor é retirado após a ignição da amostra.

Como a sua energia é pulsada, a medição da corrente de entrada não pode ser feita de forma direta por um multímetro convencional. É mais prático se determinar a forma de onda na saída do centelhador usando um osciloscópio e uma ponteira para alta tensão.

A primeira medição, Figura 3.23 (a), foi realizada com um osciloscópio *Tektronix*, modelo TDS 3012B, com a função integração (valor *RMS* da forma da onda) sobre a tensão de pico e duração do impulso resultando em 150 V de amplitude máxima.

A segunda medição, Figura 3.23 (b), foi realizada com um resistor de baixo valor (1 *kΩ*) ligado à saída do centelhador. Mediu-se a tensão sobre ele usando a função de integração e calculou-se a corrente por,  $U/R$ , resultando em 300 *mA* de amplitude máxima.

A potência total corresponde, em média, após 3 medições, ao produto da tensão pela corrente medida, ou seja, 45 *W* em todas as direções. Entretanto, somente a metade desta potência é direcionada para o plano da amostra, ou seja, 22,5 *W*.

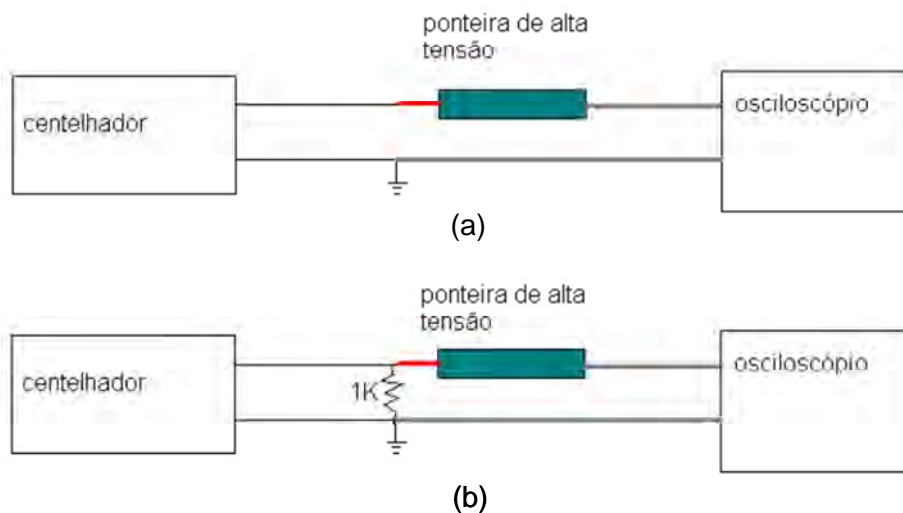


Figura 3.23 - Medição da potência do centelhador. Tensão *RMS* (a) e corrente (b).

Fonte: Cortesia do Prof. Físico Luiz A. Feijó Jr.<sup>2</sup>

Para estimativa do fator de forma entre o centelhador e a amostra de área quadrada foi utilizado o mesmo programa, em linguagem MatLab, para a determinação do fator de forma entre o tronco de cone do calorímetro e uma placa de área quadrada, descrito no Apêndice B. No referido programa as seguintes considerações foram realizadas: os cálculos relativos a  $h_4$  e  $R_4$  foram eliminados e fez-se  $h_2 = 15 \text{ mm}$  (distância entre o centelhador e amostra) e  $R_2 = 10 \text{ mm}$  (raio no entorno do centelhador).

O fator de forma obtido foi de 0,93, que corresponde a aproximadamente 21 *W* de potência total incidente sobre a amostra, acionada a cada 2 s com interrupção de 1 s.

### 3.10 Coifa

Segundo a norma ASTM E 1354-03 (2003), item 6.3.2, a conexão entre a coifa coletora dos gases da combustão e o duto horizontal de exaustão prevê uma placa com um orifício restritivo de 57,0 *mm* de diâmetro (valor mandatório), que

<sup>2</sup> O Prof. Físico Luiz A. Feijó Jr. é gerente técnico da Testtech Laboratórios de Avaliação da Conformidade Ltda - Porto Alegre - RS.

tem como principal objetivo promover a mistura dos gases provenientes da queima. No entanto, no lugar da referida placa havia, na bancada original, uma tela de arame em aço inox *AISI* 304, com abertura de 1,51 mm e fio de 0,3 mm de diâmetro.

Para ensaios com materiais celulósicos ou poliméricos, como a parafina e o polietileno, ocorre obstrução parcial da tela por deposição de particulados provenientes da combustão dos materiais. Para o *HTPB* aditivado com materiais resinosos ocorreu o entupimento total da tela, impedindo a passagem do ar e provocando uma queima incompleta. Por esse motivo a tela foi substituída pela placa com o orifício restritivo de 57,0 mm de diâmetro. Abaixo, na Figura 3.24, tem-se uma visão da tela antes (a) e depois (b) do ensaio realizado com *LHNA 02*.

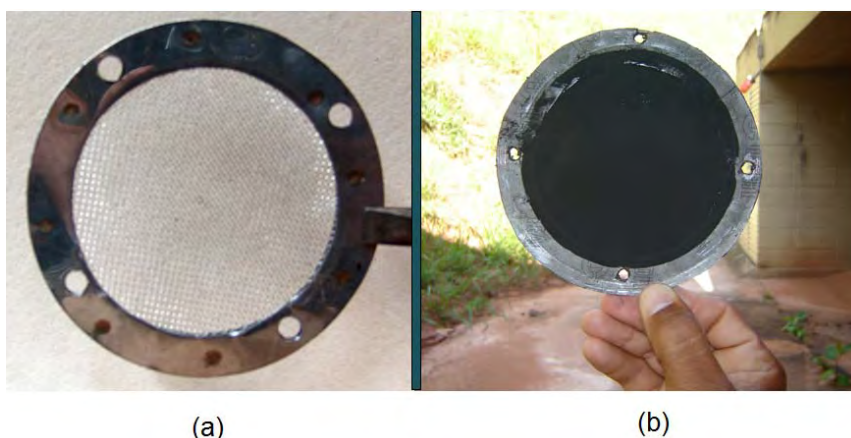


Figura 3.24 - Tela de retenção da coifa antes (a) e após (b) um ensaio com *LHNA 02*.

### 3.11 Sistema de aquisição de gases

O sistema de aquisição de gases é composto pelo anel de amostragem, banho térmico, filtros e por um conjunto de analisadores de gases.

Verificou-se que o sistema é extremamente sensível a entupimentos ocasionados por fuligem proveniente da queima dos materiais. No Apêndice A, item 4.1, é descrito a limpeza de cada uma das partes do sistema.

### *Anel coletor de gases*

Durante os ensaios, a amostra de gases é retirada do duto de escoamento horizontal, por meio do anel de amostragem. Uma bomba de vácuo do tipo diafragma do analisador de gases é responsável pela sucção de uma parte dos gases de exaustão, que após passar pelo banho térmico e filtros, é distribuída entre os analisadores que realizam o processo de medição independentemente.

O anel de amostragem possui 20 furos de 3 mm, distribuídos concêntricamente e montados em sentido contrário ao escoamento dos gases e dependendo do material ensaiado ocorre a sua obstrução dificultando a coleta dos gases.

Localizado à jusante do anel de amostragem, um termopar tipo *K* permite avaliar a temperatura dos gases de exaustão. A sua qualidade metrológica foi verificada por meio da comparação com o termopar 1 (padrão). O resultado é apresentado na Figura 3.25, sendo o maior erro da medição de 14 °C.

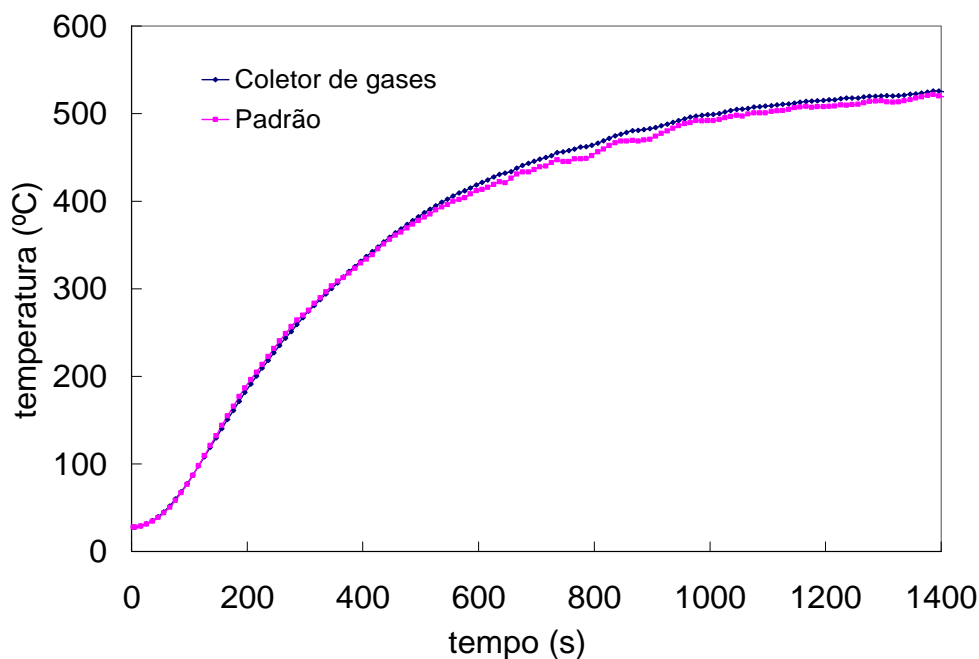


Figura 3.25 - Verificação do termopar do coletor de gases.



### *Banho térmico e filtros*

Os condensados e particulados provenientes da combustão são retidos em dois filtros montados em série. O primeiro fica no interior de um *kitassato* localizado após o anel coletor de gases, conforme Figura 3.26, que retém a maior parte dos particulados.

Um lavador de gases, localizado no interior de um banho térmico mantido a 3 °C, provoca a segunda retenção dos particulados, a interrupção das reações químicas e a condensação dos vapores d'água.

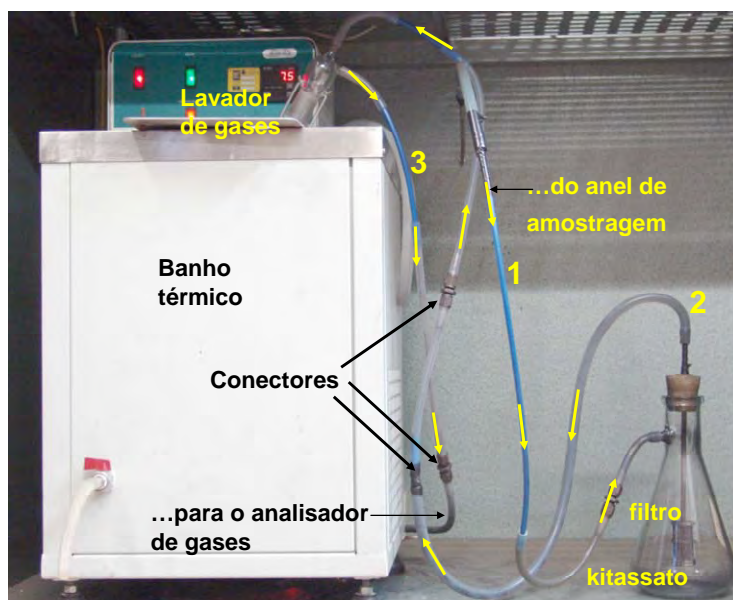


Figura 3.26 - Esquema do banho térmico e filtros.

### *Analisadores de gases*

Os analisadores de gases, fornecidos pela empresa *ROSEMOUNT*, modelos 755A ( $O_2$ ), 880A ( $CO_2$  e  $CO$ ), 951A ( $NO_x$ ), 400A ( $UHC$ ), possuem seus processos de ajuste/calibração para aquisição de dados independente da operação do calorímetro cônico.

Os analisadores de gases são capazes de realizar análises contínuas de  $O_2$ ,  $CO_2$ ,  $CO$ ,  $NO_x$  e  $UHC$  e seu esquema de direcionamento dos gases é mostrado na Figura 3.27. Por intermédio do circuito “B” (detalhe 1), o escoamento dos gases é dividido em três direções: parte dos gases seguem para os analisadores de  $NO_x$  e  $UHC$  (detalhe 2), parte seguem para os analisadores de  $O_2$ ,  $CO_2$  e  $CO$  (detalhe 3), montados em série, e o restante do escoamento da amostra é descarregado para a atmosfera (detalhe 4).

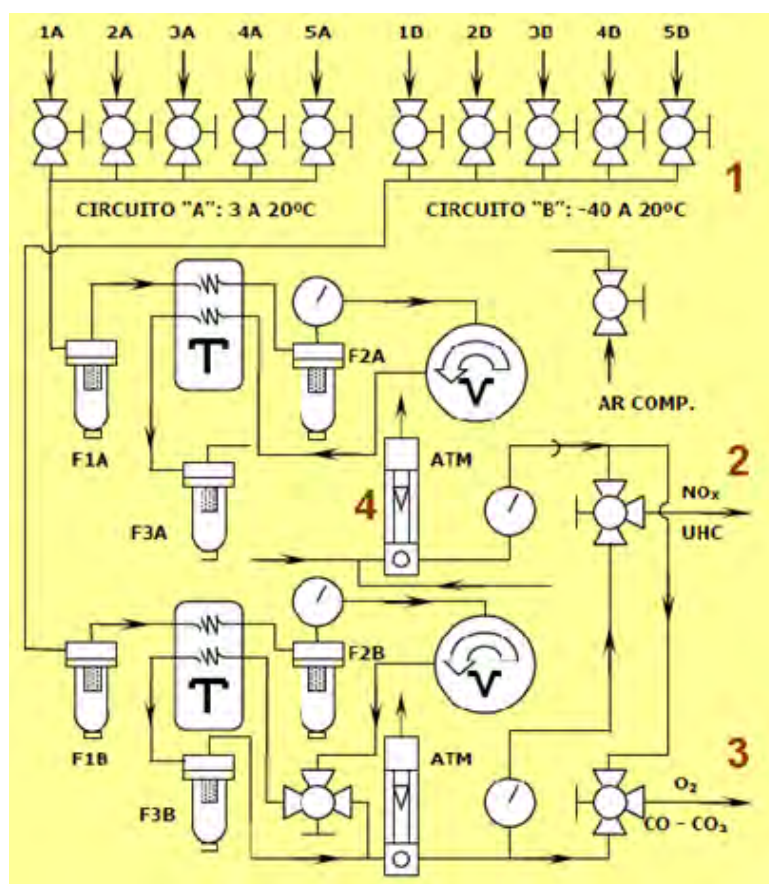


Figura 3.27 - Esquema da linha de amostragem.  
Fonte: Ferreira (2006).

Para a análise de  $O_2$ , foram utilizados analisadores do tipo termomagnético. O modelo 755A da ROSEMOUNT (1997a) fornece leitura digital do conteúdo de oxigênio de um fluxo de gás de amostra com erro máximo de 1% do fundo de escala.

Para a análise de  $\text{CO}_2$  e  $\text{CO}$  foram utilizados analisadores do tipo infravermelho. O modelo 880A da *ROSEMOUNT* (1997b) é projetado para determinar continuamente a concentração de um componente particular de interesse em uma mistura de gases, com erro máximo de 1% de fundo de escala.

Para a análise de  $\text{NO}_x$ , foram utilizados analisadores da *ROSEMOUNT* (1997c), modelo 951A, do tipo quimiluminescente, com erro máximo de 5% de fundo de escala.

Para a análise de  $\text{UHC}$  foram utilizados analisadores da *ROSEMOUNT* (1997d), modelo 400A, que utilizam o método de ionização da chama, com erro máximo de 1% do fundo de escala.

Na Tabela 3.6, são apresentadas as faixas de operação dos analisadores de gases utilizadas nos ensaios e seus respectivos erros máximos.

Tabela 3.6 - Faixas de operação e erros máximos, com respeito aos valores de fundo de escala dos gases de exaustão.

Gás	Fundo de escala	Erros máximos (% fundo de escala)
$\text{O}_2$	0 a 21%	1
$\text{CO}_2$	0 a 20%	1
$\text{CO}$	0 a 1%	1
$\text{NO}_x$	10, 25, 100, 250, 1000, 2500 e 10000 ppm	5
$\text{UHC}$	10, 25, 100, 250, 1000, 2500 e 10000 ppm	1

### 3.12 Placa de orifício

Para se estimar a constante de calibração ( $C$ ) utilizada na determinação da taxa de liberação de calor no processo de combustão são descritos, no Apêndice D, o equacionamento teórico e a metodologia para a determinação teóricas das vazões mássica e volumétrica na placa de orifício, pois conforme

já descrito no Capítulo 2, a constante de calibração ( $C$ ) é função da vazão mássica, da variação da pressão e da temperatura na placa de orifício, conforme Equação 3.7.

$$C = \frac{\dot{m}}{\sqrt{\Delta P/T}} \quad (3.7)$$

A placa de orifício possui tomada do tipo *flange taps* e suas características técnicas estão descritas na Tabela 3.7.

Tabela 3.7 - Dados técnicos da placa de orifício.

Característica	Medida	Unidade
Diâmetro do furo da placa	30,0	<i>mm</i>
Espessura da placa	2,0	<i>mm</i>
Diâmetro do duto	113,0	<i>mm</i>
Fator $\beta$	0,26	adimensional
Tomada à montante	23,8	<i>mm</i>
Tomada à jusante	24,9	<i>mm</i>
Distância do termopar	97,6	<i>mm</i>

Para verificação experimental da vazão volumétrica, através da placa de orifício, fez-se a medição da velocidade de escoamento tomando como referência o ar a 25 °C.

A Figura 3.28 apresenta uma perspectiva lateral do duto vertical de exaustão. As medições das velocidades de escoamento do ar foram realizadas no ponto 3, sem o duto 3-4, por meio de um anemômetro, marca Lutron, relatório de ensaio nº 066/10, Anexo D.

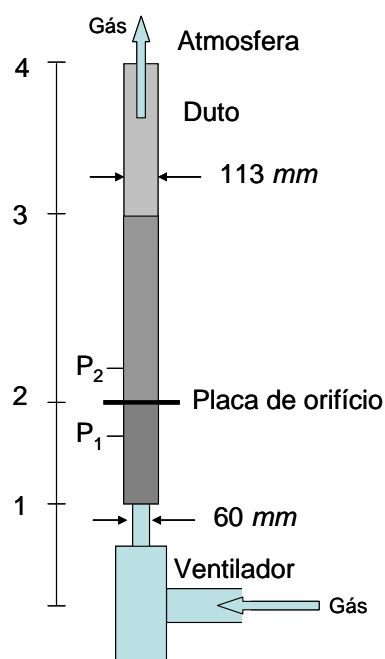


Figura 3.28 - Esquema do ventilador, placa de orifício e duto de exaustão

Na Tabela 3.8 são apresentados os resultados das velocidades do ar no ponto 3, sem o duto 3-4 e com a placa de orifício instalada.

Tabela 3.8 - Resultados das velocidades do ar à jusante da placa de orifício.

Inversor de frequência (%)	Velocidade no ponto 3 com a placa de orifício instalada no ponto 2 ( m/s)	Vazão ( $m^3/s$ )
5	0	0
10	0	0
15	0,1	0,001002
20	0,5	0,005012
25	0,9	0,009021
30	1,3	0,013038
35	1,6	0,016038
40	2,0	0,020047
45	2,3	0,023054

Verifica-se que para 40% no inversor de frequência tem-se uma vazão de  $0,020047 m^3/s$ , que corresponde a um valor compreendido na faixa de 0,012 a  $0,035 m^3/s$ , prevista na norma ASTM E 1354-03 (2003).

### 3.13 Medidores de pressão da placa de orifício

A medida da pressão na placa de orifício era realizada por um medidor de pressão de coluna d'água em "U", instalada à montante e à jusante da placa.

Para a determinação da taxa de liberação de calor é imprescindível que se tenham informações contínuas da pressão. Dessa necessidade, instalou-se, paralelamente ao medidor de pressão de coluna d'água em "U", um medidor de pressão automatizado, marca Dwyer, modelo 616 C-1 que permite o registro contínuo das pressões durante toda a fase de queima dos materiais.

O manômetro de coluna d'água em "U" é um padrão primário, pois a diferença em altura entre as duas colunas é sempre a indicação da pressão sem considerar o diâmetro interno da coluna.

O medidor de pressão automatizado foi validado por meio da sua comparação com o medidor padrão. Na Figura 3.29 são apresentados os resultados da verificação do medidor de pressão automatizado, para média de 10 medições em 14 pontos da faixa. O erro máximo estimado é de 9  $mm\ H_2O$  (87 Pa).

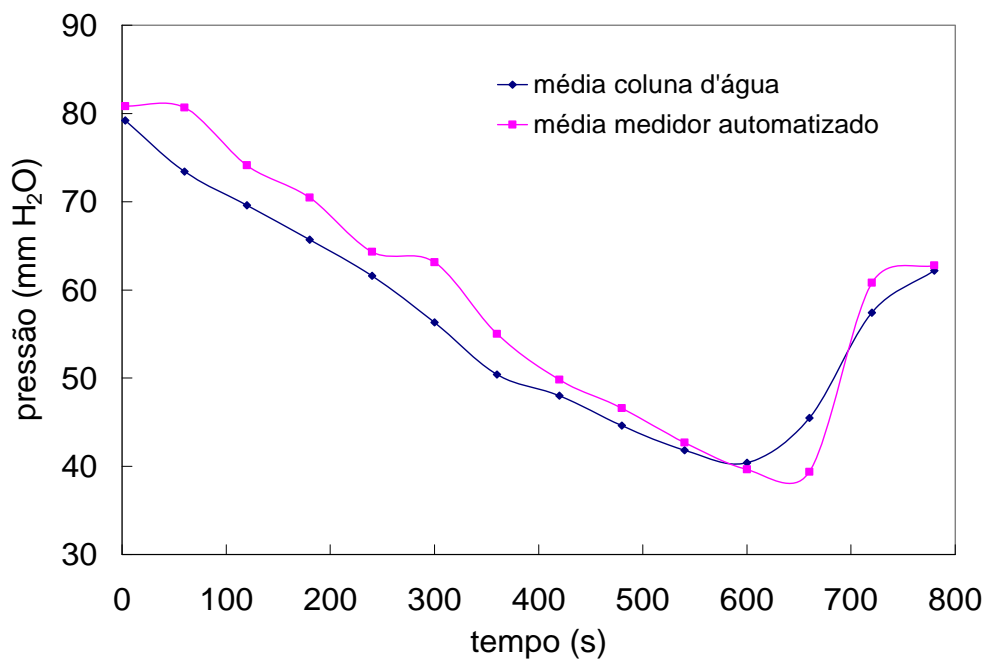


Figura 3.29 - Verificação do medidor de pressão automatizado.

### 3.14 Termopar da placa de orifício

O termopar da placa de orifício é do tipo *K* e suas informações também são imprescindíveis para a determinação da taxa de liberação de calor.

Foi realizada a sua verificação, por comparação com o termopar 1 (padrão), conforme mostrado na Figura 3.30. Estima-se o maior erro de medição como 18 °C na faixa de operação. O certificado de calibração do termopar é o de número 41872/2010 apresentado no Anexo B1.

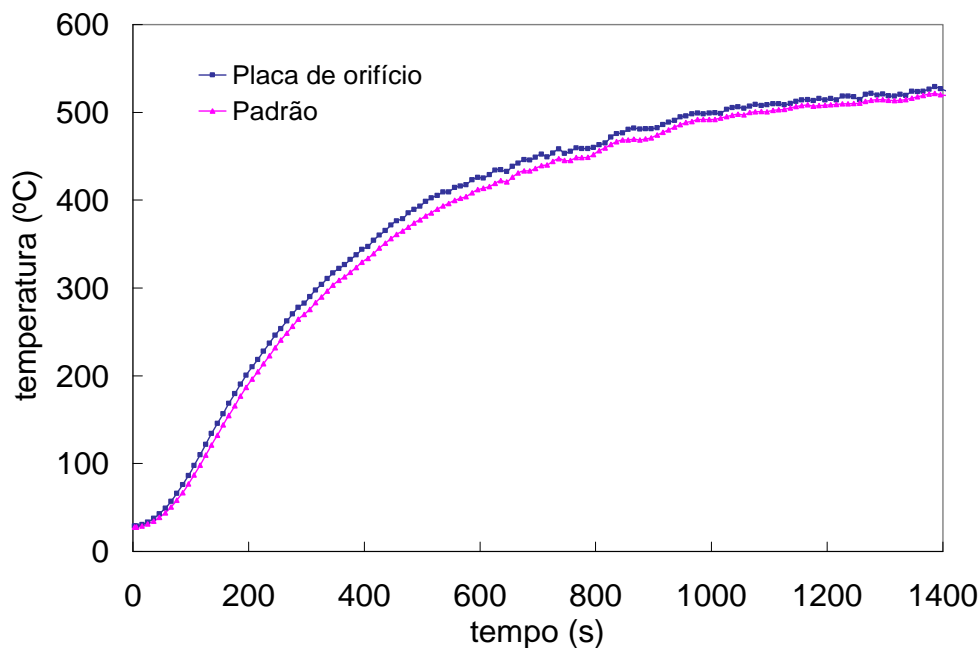


Figura 3.30 - Verificação do termopar da placa de orifício.

### 3.15 Ventilador

O escoamento dos gases, através dos dutos de exaustão, ocorre por meio de um sistema de ventilação localizado à montante da placa de orifício. Um inversor de frequência localizado no painel de controle do calorímetro está ligado ao motor de um ventilador centrífugo que provoca o escoamento forçado. O inversor possibilita o controle da frequência de rotação do ventilador com uma exatidão de centésimo de Hertz.

### 3.16 Sistema de aquisição de dados

Há dois programas de aquisição de dados (*LabVIEW*) que operam independentemente. Um fica localizado na sala de controle de aquisição de dados dos gases, onde se fazem as medições de  $O_2$ ,  $CO_2$ ,  $CO$ ,  $NO_x$  e  $UHC$  e outro no próprio calorímetro, *Bunker 5*, onde se registra dados de evolução da massa e taxa de consumo de massa  $-(dm/dt)$ .



O acionamento de ambas as aquisições é realizado simultaneamente, por meio de dispositivo de comunicação remota ou outro que seja disponibilizado pelo laboratório. A sequência de acionamento está descrita no item 4.6.12, do Apêndice A.



## 4 INCERTEZA DA MEDIÇÃO DA TAXA DE LIBERAÇÃO DE CALOR

### 4.1 A evolução da metrologia

A metrologia, conforme definição no Vocabulário Internacional de Termos Fundamentais e Gerais de Metrologia (INMETRO, 2007), é a ciência da medição e abrange todos os aspectos teóricos e práticos relativos às medições, qualquer que seja a incerteza ou dúvida do resultado da medição, em quaisquer campos da ciência ou da tecnologia.

A metrologia, nas mais variadas formas de apresentação, sempre tem acompanhado o homem nos desafios frente à conjuntura que o cerca. Em cada período histórico da evolução humana, Figura 4.1, tem-se registros e marcos que descrevem as atividades de metrologia nos diversos processos de nossa existência.

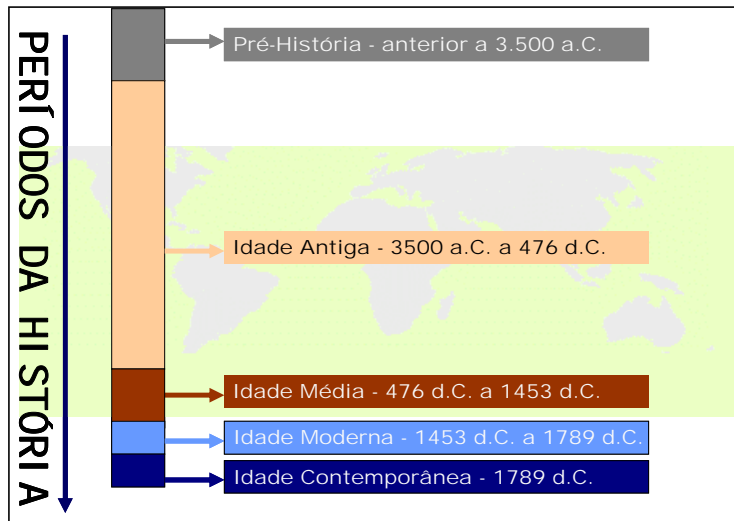


Figura 4.1 - Linha do tempo da evolução humana.

No princípio, na pré-história, o homem nas suas mais elementares tarefas realizava, de maneira instintiva e espontânea, comparações entre diversos processos físicos para atingir seus objetivos e garantir qualidade de vida para si e a para sua família.

Existem relatos de medições na própria Bíblia Cristã, em que Deus ordenou a Noé a construção de uma arca com dimensões bem definidas, segundo um sistema de medições proposto na época. Com comprimento, largura e altura de 300, 50 e 30 côvados<sup>3</sup>, respectivamente, foi estabelecida com exatidão, dentro dos padrões da época, uma estrutura que suportasse as pressões de uma chuva de 40 dias e 40 noites e mais 150 dias de flutuação (BÍBLIA, 1989, p.25).

Seguindo a linha do tempo, verifica-se que a construção das pirâmides do Egito, como obra de engenharia, exigiu leitura de plantas, corte de pedras, transporte, pesagem e outras leituras e avaliações da realidade, onde o rigor era uma constante das medições.

Na idade média poucos foram os avanços para a sociedade ocidental em comparação com a idade moderna quando o extraordinário crescimento da criatividade fez com que muitas idéias inovadoras e conquistas científicas surgissem em paralelo à grande produção cultural.

O matemático Pedro Nunes, por exemplo, empregando uma régua auxiliar, chamada de nônio, conseguia ler frações da régua principal.

Na França, o agrimensor Pierre Vernier aperfeiçoou a invenção de Nunes e fez uma régua corrediça, dando origem aos paquímetros.

Evangelista Torricelli, havia descoberto que o ar faz pressão sobre todos os objetos, de sua descoberta, constrói um barômetro de mercúrio.

Galileu realizou seus estudos, construindo telescópios e medindo a altura dos astros com o astrolábio, equipamento inventado pelo astrônomo grego Hiparco, em 150 a.C.

---

<sup>3</sup> 1 côvado, padrão dimensional da época, equivale a aproximadamente 66 cm.

Dentro desse escopo, utilizando-se como meio a ciência da metrologia, pode-se identificar a evolução da capacidade de produzir e interagir do ser humano, a sofisticação gradativa das formas de comparar e ajustar grandezas nos diversos momentos da história, e chega-se até o momento atual, em que a globalização exige que, o que no início foi uma atividade primitiva e espontânea, se desenvolva com princípios altamente sofisticados de modo que o homem possa garantir, em qualquer tempo e em qualquer lugar, a compatibilidade de elementos concretos, como peças, engrenagens entre outros, ou simbólicas, como as informações.

## **4.2 O erro e a incerteza de medição**

Lord Kelvin, em 1883, afirmou que: "o conhecimento amplo e satisfatório sobre um processo ou um fenômeno somente existirá se for possível expressá-lo por meio de números".

Por definição, medir é o procedimento experimental pelo qual o valor momentâneo de uma grandeza física (mensurando) é determinado como um múltiplo e/ou uma fração de uma unidade, estabelecida por um padrão e reconhecida internacionalmente (ALBERTAZZI; SOUSA, 2008). No entanto, invariavelmente, se verifica que não existe um processo de medição perfeito, ou seja, o ato de medir sempre está associado a uma dúvida com respeito ao resultado que, no mínimo, se deve ao próprio instrumento de medição que interfere na grandeza medida (ALBERTAZZI; SOUSA, 2008).

Assim, devido à dúvida imposta pelo sistema de medição, define-se uma faixa que contém o valor verdadeiro do mensurando, conhecida como resultado da medição ( $RM$ ) e composta por duas parcelas, conforme Figura 4.2.

A primeira corresponde ao resultado-base ( $RB$ ) que é o valor central da faixa correspondente ao resultado da medição e onde se acredita estar mais próximo

possível do valor verdadeiro do mensurando. Seu valor é estimado a partir de uma medição ou média de  $n$  medições sobre o qual podem ser aplicadas correções.

A segunda é a parcela de dúvidas associada à medição e corresponde na Figura 4.2, ao comprimento da faixa de  $-IM$  a  $+IM$ , chamada de incerteza da medição.

Por definição, a incerteza de medição corresponde ao parâmetro que, associado ao resultado de uma medição, caracteriza a dispersão dos valores que podem ser fundamentadamente atribuídos a um mensurando (INMETRO, 2007).

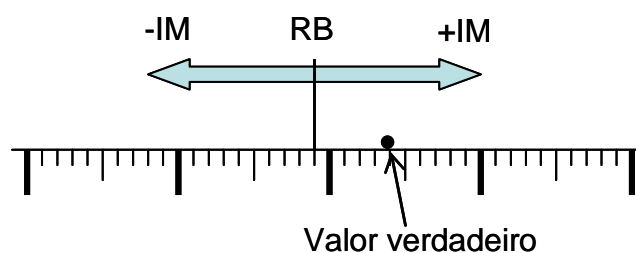


Figura 4.2 - Resultado da medição:  $RM = RB \pm IM$ .  
Fonte: Albertazzi e Sousa (2008).

O valor verdadeiro é o resultado ideal esperado pelo sistema de medição, mas devido as suas imperfeições ocasionadas, por exemplo, pelo operador, condições ambientais insatisfatória para um determinado tipo de medição, ou a própria imperfeição do instrumento, conduz a erros que, embora sejam indesejáveis, são inevitáveis. Eliminá-los não é possível, mas tão somente atenuá-los desde que se reconheça a parcela de erros envolvidos (fontes de incerteza).

Basicamente, existem dois tipos de erros: o sistemático e o aleatório. O sistemático é a parcela de erro médio e previsível, podendo ser corrigida. O

aleatório é a parcela imprevisível e decorre da aleatoriedade do resultado de  $n$  medições repetidas.

Matematicamente, uma estimativa do erro sistemático de medição pode ser realizada pela Equação 4.1, chamada de tendência.

$$T_d = \bar{I} - VVC \quad (4.1)$$

onde,

$T_d$  = tendência

$\bar{I}$  = média de um número finito de indicações

$VVC$  = valor verdadeiro convencional do mensurando

Na prática, não se conhece o valor verdadeiro do mensurando, mas tão somente um valor aproximado. Denomina-se o valor verdadeiro convencional como uma estimativa do valor verdadeiro do mensurando e deverá estar o suficiente próximo para as finalidades que se destina.

Na Figura 4.3 é apresentado um exemplo hipotético do resultado de 12 medições de uma determinada grandeza, sua média e valor o valor verdadeiro convencional ( $VVC$ ).

Da Equação 4.1 e Figura 4.3 tem-se que  $T_d = +15$  unidades de medição.

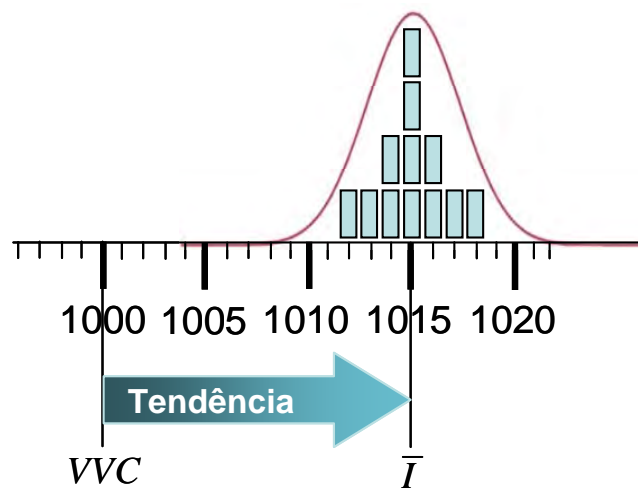


Figura 4.3 - Tendência correspondente entre a média das indicações obtidas e o valor considerado como verdadeiro.  
Fonte: Albertazzi e Sousa (2008).

O erro sistemático pode então ser corrigido a partir da sua estimativa, a tendência. Esta correção é dada pela Equação 4.2.

$$C = -T_d \quad (4.2)$$

Define-se correção como uma constante que somada à indicação compensa o erro sistemático de um sistema de medição, passando a indicação a ser chamada de indicação corrigida ( $I_c$ ).

Após a aplicação da correção, o sistema de medição passa a indicar, em média, corretamente. O erro médio da indicação corrigida é igual a zero, pois as indicações obtidas não se repetem exatamente em função do erro aleatório, conforme se verifica na Figura 4.4.

A determinação do erro aleatório para cada indicação pode ser realizada por meio da Equação 4.3.

$$E_{ai} = I_i - \bar{I} \quad (4.3)$$



onde,

$E_{ai}$  = erro aleatório da i-ésima indicação

$I_i$  = i-ésima indicação

$\bar{I}$  = média das indicações

O erro aleatório por si só possui pouca aplicabilidade, mas a sua extensão, a repetitividade,  $R_e$ , possui grande importância nas caracterizações das medições e corresponde à faixa de valores dentro da qual o erro aleatório de um sistema de medição é esperado e tem papel fundamental na estimativa das incertezas de medição.

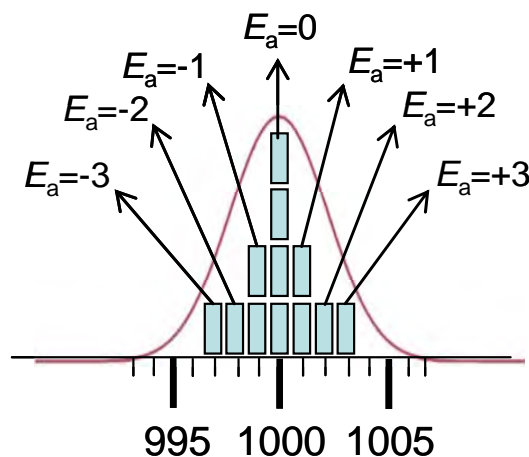


Figura 4.4 - Indicações corrigidas.

Fonte: adaptado de Albertazzi e Sousa (2008).

O comportamento aleatório do erro de medição pode muito bem ser representado por uma distribuição normal e se caracteriza por possuir uma média,  $\mu$ , e um desvio-padrão,  $\sigma$ , que caracteriza a sua dispersão.

O desvio-padrão de uma distribuição normal associada ao erro de medição é usado para caracterizar quantitativamente a intensidade da componente aleatória do erro de medição. Denomina-se, incerteza-padrão, representada pela letra " $u$ ", o valor do desvio-padrão do erro aleatório de medição.

Na prática, onde se faz uma quantidade limitada de medições, uma estimativa do desvio-padrão da amostra pode ser obtida pela Equação 4.4, chamada de desvio-padrão da amostra ou incerteza-padrão da amostra.

$$u = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (I_i - \bar{I})^2}{n-1}} \quad (4.4)$$

onde,

$u$  = incerteza-padrão obtida da amostra

$I_i$  = i-ésima indicação

$\bar{I}$  = média das indicações

À incerteza-padrão da amostra deve-se associar o número de graus de liberdade,  $\nu^*$ , Equação 4.5, a qual reflete o grau de segurança com que a estimativa do desvio-padrão é conhecida.

$$\nu^* = n - 1 \quad (4.5)$$

onde,

$n$  = número de medições repetitivas efetuadas

$\nu^*$  = número de graus de liberdade da estimativa da incerteza-padrão

Os graus de liberdade são a quantidade de informações livres que devem ser utilizadas para o cálculo de uma determinada estatística. Em geral, o número de graus de liberdade de uma estimativa é igual ao número de valores utilizados no seu cálculo menos o número de parâmetros estimados no cálculo intermediário para a sua obtenção. Assim para calcular a média de uma amostra de tamanho " $n$ ", são necessários as " $n$ " observações fazendo com que esta estatística tenha " $n$ " graus de liberdade. Já a estimativa da variância

através de uma amostra de tamanho "n" terá "n-1" graus de liberdade, pois para a obtenção da variância amostral é necessário antes o cálculo da média amostral.

Seja a população definida como o número total de elementos que compõem o universo que se deseja analisar. É possível se estimar a repetitividade,  $R_e$ , a partir da sua incerteza-padrão. Em particular, para uma probabilidade de 95,45% a  $R_e$  é igual a  $2u$ . Por outro lado, caso a quantidade de elementos utilizada para se estimar a incerteza-padrão seja insuficiente, é necessária a utilização de um coeficiente de segurança para garantir uma estimativa mais consistente, e corresponde ao produto da incerteza-padrão pelo coeficiente *t de student*, conforme Equação 4.6.

$$R_e = \pm t \cdot u \quad (4.6)$$

onde,

$R_e$  = repetitividade

$t$  = coeficiente de *t de student*

$u$  = incerteza-padrão

A distribuição *t de student* é uma distribuição de probabilidade teórica. É simétrica e semelhante à curva normal padrão, porém com extremidades mais largas. A Equação 4.7 representa a sua função de densidade de probabilidade (SPIEGEL, 1990, p. 189):

$$\Phi(x) = \frac{1}{\sqrt{n\pi}} \frac{\Gamma\left(\frac{n+1}{2}\right)}{\Gamma(n/2)} \int_{-\infty}^x \left(1 + \frac{t^2}{n}\right)^{-(n+1)/2} dt \quad (4.7)$$

onde,

$\Gamma$  é a função gama.

No exemplo hipotético apresentado foram determinados os erros sistemáticos e aleatórios para um determinado ponto do sistema de medição, no caso, 1000 unidades. Devido às variações impostas pelo sistema de medição os resultados apresentados são válidos somente para o referido ponto, necessitando análises similares para os demais pontos da faixa de medição.

Na Figura 4.5 é representado um sistema ideal onde não há erro de medição, pois o valor do mensurando é o mesmo da indicação.

Na Figura 4.6 é representado um sistema de medição que possui erros sistemáticos e aleatórios. A seta indica o erro sistemático e a base do triângulo invertido indica a intensidade do erro aleatório ou repetitividade.

O erro com maior valor absoluto que pode ser cometido pelo sistema de medição nas condições em que foi avaliada denomina-se erro máximo,  $E_{\max}$ , Figura 4.7.

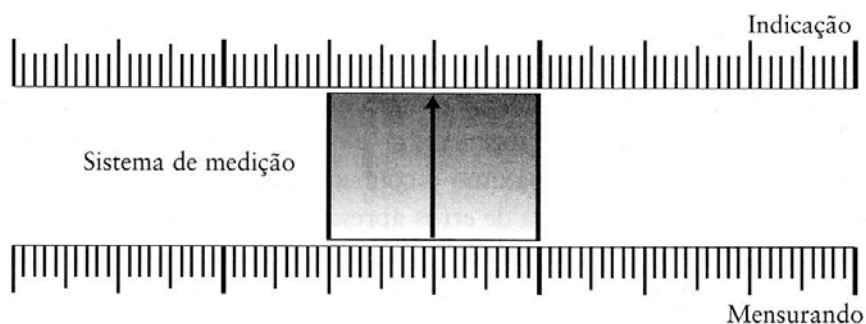


Figura 4.5 - Sistema de medição perfeito.  
Fonte: Albertazzi e Sousa (2008).

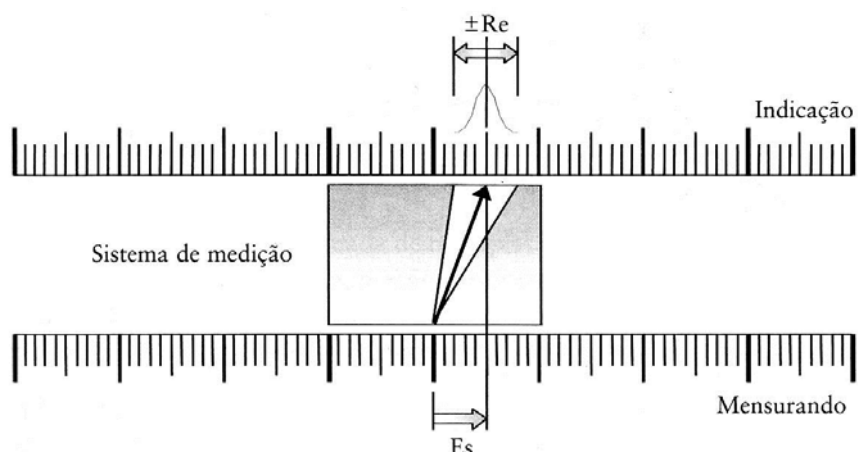


Figura 4.6 - Sistema de medição com erros aleatórios e sistemáticos.  
Fonte: Albertazzi e Sousa (2008).

A faixa de incerteza que corresponde ao erro máximo é consideravelmente maior que a repetitividade, porque também engloba o erro sistemático não corrigido. Na ausência de qualquer outra informação o erro máximo é uma estimativa razoável para uma determinada aplicação.

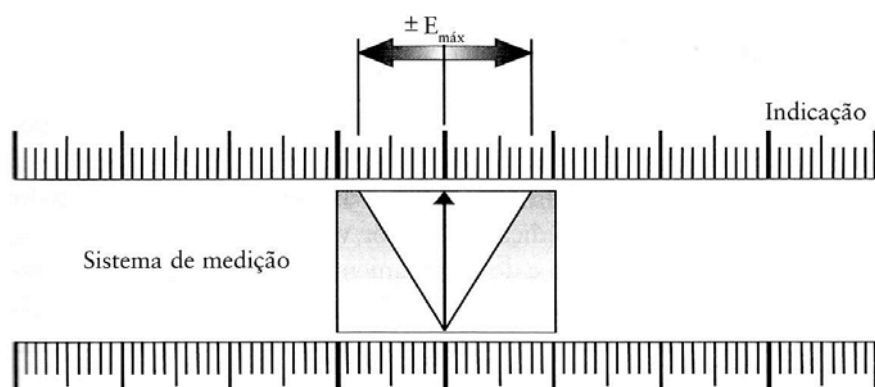


Figura 4.7 - Sistema de medição onde é conhecido apenas o erro máximo.  
Fonte: Albertazzi e Sousa (2008).

Ao se considerar mais pontos na faixa de medição, define-se a curva de erros do sistema de medição. Na Figura 4.8 são apresentados os resultados para quatro pontos com seus respectivos erros aleatórios e sistemáticos. É fácil verificar que o erro máximo engloba o maior erro em toda a faixa de medição.

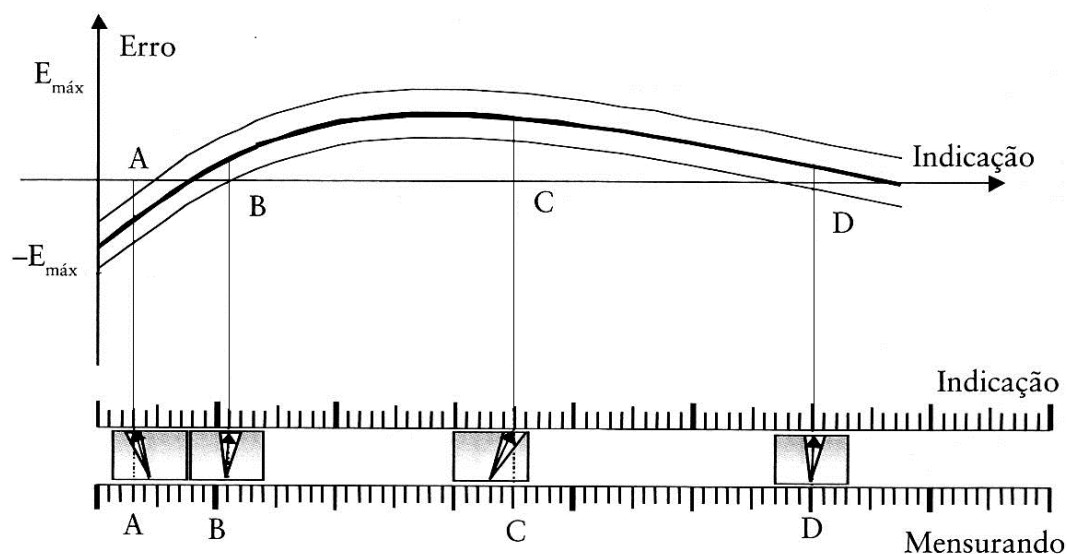


Figura 4.8 - Curva de erro máximo obtida a partir de quatro pontos da sua faixa de medição.

Fonte: Albertazzi e Sousa (2008).

### 4.3 Calibração do sistema de medição

Como um sistema de medição sempre apresenta erros e também sofre degradação no decorrer do tempo é de fundamental importância que se façam comparações da sua qualidade metrológica com respeito a padrões de referência.

A forma usual de caracterizar o desempenho metrológico de um sistema de medição é pelo procedimento denominado calibração (aferição), que por definição, corresponde ao:

Conjunto de operações que estabelece, sob condições especificadas, a relação entre os valores indicados por um instrumento de medição ou sistema de medição ou valores representados por uma medida materializada ou um material de referência, e os valores correspondentes das grandezas estabelecidos por padrões (INMETRO, 2007).

A calibração não está restrita ao sistema de medição. É também utilizada para caracterizar o valor efetivo de medidas materializadas e em materiais de

referências. Os processos de calibração adotam padrões de medições com qualidade metrológica superior e níveis excelentes de incertezas. Além da calibração existem outras operações correlatas denominadas: verificação, ajuste e regulação.

### *Verificação*

É uma calibração simplificada utilizada para testar se um sistema de medição, ou medida materializada, está em conformidade com uma dada especificação técnica.

### *Ajuste*

É uma operação corretiva destinada a fazer com que um instrumento de medição tenha desempenho compatível com o seu uso. O ajuste pode ser automático, semi-automático ou manual.

### *Regulação*

É um ajuste, empregando somente os recursos disponíveis ao usuário no sistema de medição.

Como a calibração envolve comparações, é esperado que um determinado padrão seja calibrado por outro com menor nível de incerteza. Este, por sua vez, também requer o mesmo tratamento, ou seja, que seja calibrado por um padrão com menor incerteza que o anterior. Daí que se verifica a existência de uma cadeia de calibrações sucessivas obedecendo a uma hierarquia de níveis de incerteza. Na Figura 4.9 é apresentada a cadeia de rastreabilidade metrológica reconhecida internacionalmente.

Os elementos no topo desta cadeia estão relacionados com as definições das unidades de base do Sistema Internacional de Unidades, que são: metro, quilograma, segundo, ampère, kelvin, candela e o mol (INMETRO, 2000).

Logo abaixo, estão os padrões internacionais mantidos pelo BIPM (*Bureau International des Poids et Mesures*) sediado na França e são as referências para calibração dos padrões nacionais mantidos nos LNM (Laboratórios Nacionais de metrologia) de cada país. No Brasil, a entidade oficial responsável pela condução das atividades relacionadas à metrologia é o Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial (INMETRO) e detém o LNM.

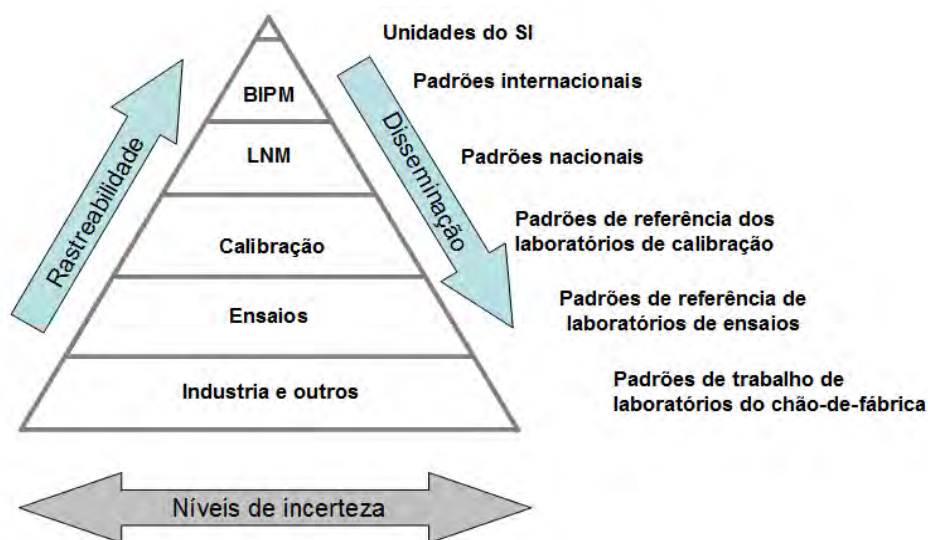


Figura 4.9 - Pirâmide de rastreabilidade metrológica.

Os padrões nacionais são as referências pelas quais todos os demais padrões de um país são rastreados. Em relações a eles são calibrados os padrões de referências dos laboratórios de calibração acreditados, que prestam serviços de calibração para terceiros.

Logo abaixo, na hierarquia de incertezas, estão os padrões de referências dos laboratórios de ensaios acreditados, responsáveis pela qualificação e avaliação da conformidade de produtos que buscam a certificação.



Por fim, têm-se os sistemas de medição do chão-de-fábrica usados para controlar e assegurar a qualidade dos produtos e processos. É comum encontrar nas indústrias os padrões de trabalho que possuem qualidade suficiente para assegurar a correta operação de seus instrumentos de medição usados rotineiramente.

#### **4.4 Medições diretas e indiretas**

As medições são ditas diretas quando o sistema de medição já indica diretamente o valor do mensurando.

Nas medições indiretas o valor do mensurando é determinado a partir de operações matemáticas envolvendo duas ou mais medidas associadas a diferentes características do mensurando (grandezas de entrada).

Estimativas das incertezas padrão associadas a cada uma dessas características das grandezas de entrada devem ser conhecidas e são os pontos de partida para o procedimento de avaliação da incerteza da medição.

As grandezas de entrada nas medições indiretas possuem a propriedade de estarem correlacionadas ou não. Os seguintes casos são observados:

- a) quando as variáveis aleatórias se relacionam de forma totalmente dessincronizada, quer dizer que elas não são correlacionadas (estatisticamente independentes); e
- b) quando duas variáveis aleatórias se relacionam de forma perfeitamente sincronizada, quer dizer que elas são correlacionadas (estatisticamente dependentes) e podem ser de forma direta ou inversa. Quando direta, o aumento ou diminuição de uma determinada variável implica, respectivamente, no aumento ou diminuição da outra variável. Quando inversa, o aumento ou

diminuição de uma determinada variável implica em variações contrárias, ou seja, na diminuição ou aumento da outra variável.

O índice que revela a existência e o tipo de correlação entre duas variáveis aleatórias é o coeficiente de correlação, um número real que varia entre -1 e +1. Os seguintes casos podem ocorrer:

- a) correlação +1: há correlação direta perfeita;
- b) correlação -1: há correlação inversa perfeita;
- c) correlação 0: duas variáveis aleatórias totalmente não correlacionada ou estatisticamente independentes; e
- d) correlação entre -1 e 0: há correlação inversa parcial; e
- e) correlação entre 0 e +1: há correlação direta parcial.

Embora as situações extremas de correlação plena,  $|r(X,Y)|=1$ , e a ausência de correlação,  $r(X,Y)=0$ , sejam raras na natureza, para fins de estimativa de incerteza é razoável considerar correlação plena, quando o módulo do coeficiente de correlação é maior que 0,8 e, ausência total de correlação, quando o módulo do coeficiente de correlação é menor que 0,2.

A Equação 4.8 envolve o cálculo de uma estimativa do coeficiente de correlação (ALBERTAZZI; SOUSA, 2008, p.235; SPIEGEL, 1974, p.407).

$$r(X,Y) = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})}{\sqrt{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2 \cdot \sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2}} \quad (4.8)$$

O tipo de correlação entre duas ou mais medições distintas, usada para determinar o resultado de uma medição indireta, afeta a forma com que a incerteza da combinação das variáveis é estimada.

Quando medições não-correlacionadas de diversas grandezas de entrada são combinadas por uma função matemática contínua e derivável é possível se estimar a incerteza da combinação pela Equação 4.9:

$$u_c^2(G) = \left( \frac{\partial f}{\partial X_1} u(X_1) \right)^2 + \left( \frac{\partial f}{\partial X_2} u(X_2) \right)^2 + \dots + \left( \frac{\partial f}{\partial X_n} u(X_n) \right)^2 \quad (4.9)$$

onde,

$u_c^2(G)$  = quadrado da incerteza combinada da grandeza a ser determinada por medição indireta

$f$  = função matemática contínua e derivável que relaciona  $G$  com as grandezas de entrada

$\frac{\partial f}{\partial X_i}$  = derivada parcial da função  $f$  em relação à grandeza de entrada  $X_i$ .

Também denominado coeficiente de sensibilidade associado à grandeza de entrada  $X_i$ .

$u(X_i)$  = incerteza-padrão da  $i$ -ésima grandeza de entrada que está sendo combinada

Caso as medições sejam correlacionadas, a Equação 4.10 descreve o processo.

$$u_c(G) = \left| \frac{\partial f}{\partial X_1} \right| u(X_1) + \left| \frac{\partial f}{\partial X_2} \right| u(X_2) + \dots + \left| \frac{\partial f}{\partial X_n} \right| u(X_n) \quad (4.10)$$

onde,

$u_c(G)$  = incerteza combinada máxima possível da grandeza a ser determinada por medição indireta

$f$  = função matemática contínua e derivável que relaciona  $G$  com as grandezas de entrada

$\left| \frac{\partial f}{\partial X_i} \right|$  = valor absoluto da derivada parcial da função  $f$  em relação à grandeza de entrada  $X_i$ . Também denominado coeficiente de sensibilidade associado à grandeza de entrada  $X_i$ .

$u(X_i)$  = incerteza-padrão da i-ésima grandeza de entrada que está sendo combinada

#### **4.5 Procedimento de avaliação da incerteza da medição da taxa de liberação de calor (HRR) para 10 amostras de PEAD**

Nesta seção, será realizada a avaliação da incerteza de medição da taxa de liberação de calor, de forma sequencial, segundo as orientações do "Guia para expressão da incerteza de medição" (INMETRO, 2003), de 10 amostras de polietileno de alta densidade e sem ignição externa.

#### 4.5.1 Identificação das grandezas de entrada

Na Tabela 4.1, são apresentadas as grandezas de entrada e suas respectivas incertezas padrões utilizadas na determinação da incerteza combinada.

Tabela 4.1 - Grandezas envolvidas na medição da taxa de liberação de calor do polietileno de alta densidade.

Grandezas de entrada ( $X_i$ )	Erro máximo	Incerteza padrão ( $u_i$ )	Unidade
Fração molar de $O_2$ ( $X_{O_2}$ )	1% do fundo de escala	0,0021	adimensional
Fração molar de $CO_2$ ( $X_{CO_2}$ )	1% do fundo de escala	0,0020	adimensional
Fração molar de $CO$ ( $X_{CO}$ )	1% do fundo de escala	0,00010	adimensional
Variação de pressão da placa de orifício ( $\Delta P$ )	87	$87/\sqrt{3}$	$Pa$
Temperatura da placa de orifício ( $T$ )	18	$18/\sqrt{3}$	$K$

A determinação das incertezas padrão para os gases  $O_2$ ,  $CO_2$  e  $CO$  foram estimadas a partir do erro máximo com respeito ao fundo de escala do equipamento de medição.

A incerteza padrão da variação de pressão da placa de orifício foi estimada a partir do erro máximo entre medidor de coluna d'água, tido como padrão, e do medidor automatizado, de 10 medições em 14 pontos. Das 10 medições da variação da pressão da coluna d'água determinou-se a repetitividade (Avaliação do tipo A, que corresponde ao método de avaliação da incerteza pela análise estatística de séries de observações) (INMETRO, 2003). Na Figura 4.10 é apresentada a referida curva com seus limites, máximo e mínimo.

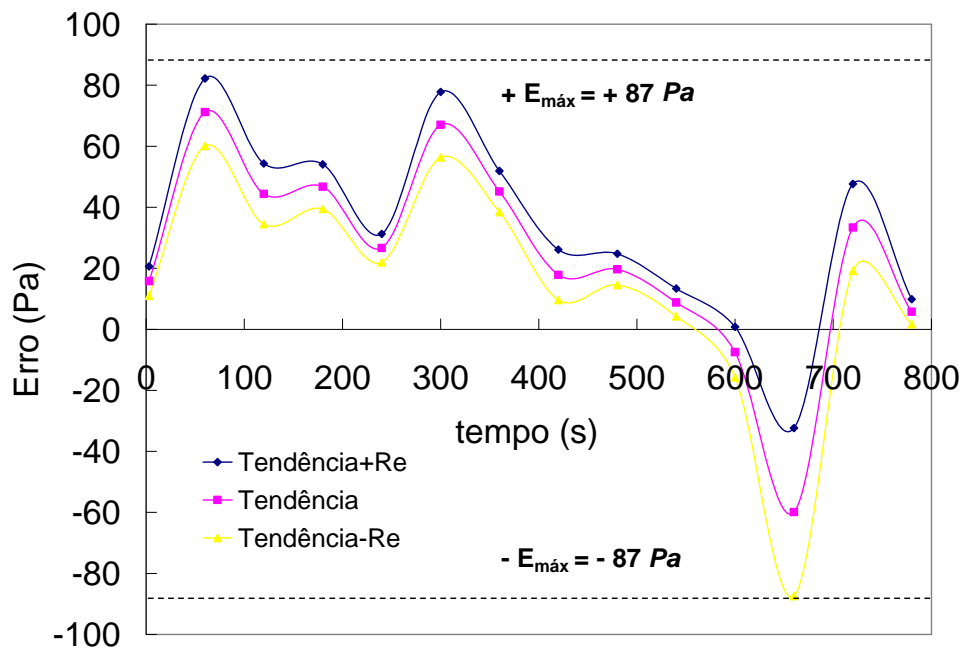


Figura 4.10 - Curva de erro máximo do medidor de pressão automatizado da placa de orifício.

Para determinação da incerteza padrão a partir do erro máximo é importante se entender o conceito de distribuição retangular. Seja o exemplo hipotético, em que se tem um instrumento digital com resolução (incremento digital) igual a 1,0. Os erros de arredondamento estarão sempre entre -0,5 e +0,5, conforme Figura 4.11. Pelo aspecto da curva de erros (dente de serra), a probabilidade de que qualquer valor de erro ocorra entre -0,5 e +0,5 seja obtido é a mesma. Neste caso, a distribuição de probabilidade resultante assume o aspecto da Figura 4.12, denominada distribuição uniforme ou retangular.

A distribuição uniforme é usada quando há as mesmas chances de qualquer valor entre os limites máximo e mínimo venha a ocorrer ou, algumas vezes, por segurança, quando há dúvidas sobre que tipo de distribuição adotar. Neste caso a incerteza padrão é dada por  $a/\sqrt{3}$ , ou no caso particular,  $|Erro|/\sqrt{3}$ .

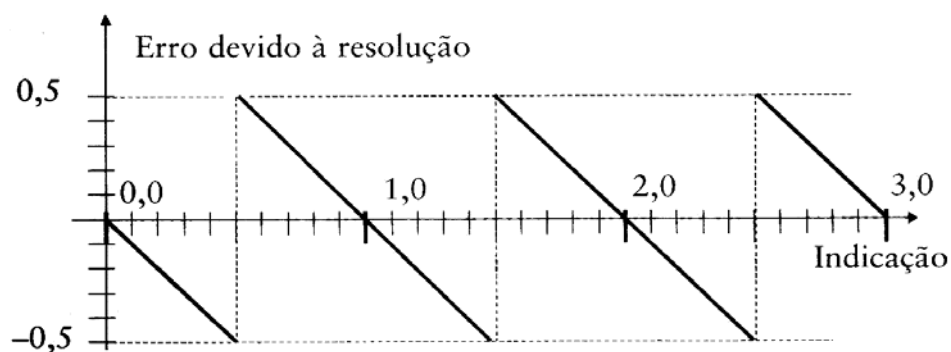


Figura 4.11 - Erro devido ao arredondamento ocasionado pela resolução de um dispositivo digital.  
Fonte: Albertazzi e Sousa (2008).

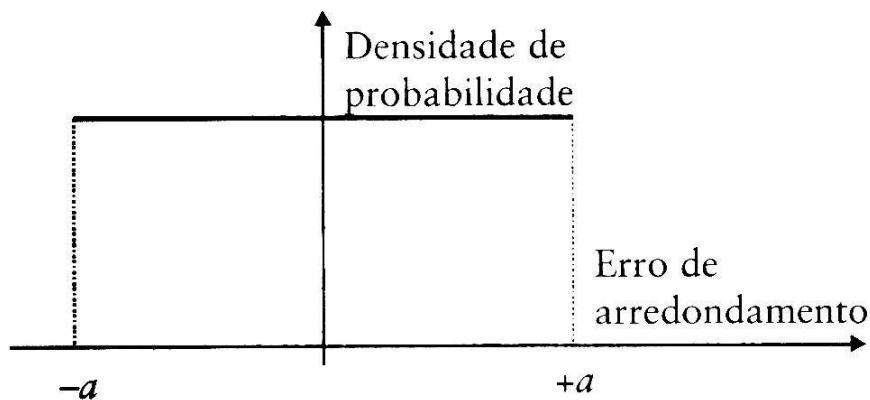


Figura 4.12 - Densidade de probabilidade do erro de arredondamento, ocasionado pela resolução limitada do dispositivo mostrador digital.  
Fonte: Albertazzi e Sousa (2008).

A incerteza padrão do termopar da placa de orifício foi estimada a partir do erro máximo entre o termopar 1, tido como padrão, calibrado segundo certificado 41872/2010, e o termopar da placa de orifício. Na Figura 4.13 é apresentada a referida curva com seus limites máximo e mínimo.

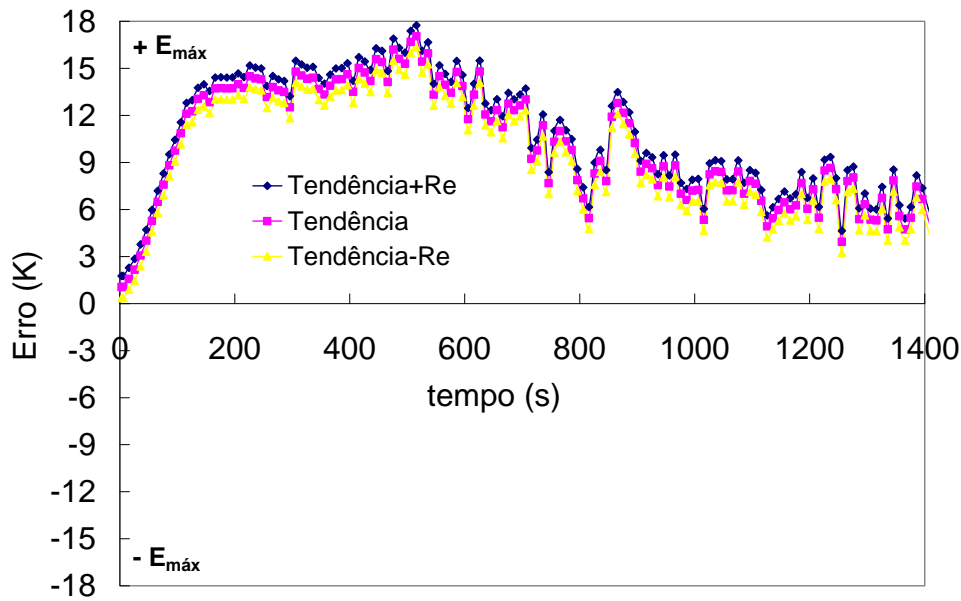


Figura 4.13 - Curva de erro do termopar da placa de orifício.

A repetitividade foi determinada a partir do respectivo certificado de calibração (incerteza tipo B) (INMETRO,2003).

Para determinação da incerteza padrão do termopar, considera-se também uma distribuição retangular com  $u = |Erro|/\sqrt{3}$ .

#### 4.5.2 Expressão matemática entre o mensurando $\dot{q}''$ e as grandezas de entrada

Do Capítulo 2, foi determinada a equação da taxa de liberação de calor por unidade de área em função das grandezas de entrada, conforme Equação 4.11.

$$\dot{q}'' = 1,1 E X_{O_2^0} \left[ \frac{\phi - 0,172 (1 - \phi) \frac{X_{CO}}{X_{O_2}}}{(1 - \phi) + 1,105 \phi} \right] C \sqrt{\frac{\Delta P}{T}} \quad (4.11)$$



onde,

$$\phi = \frac{X_{O_2^0} (1 - X_{CO_2} - X_{CO}) - X_{O_2} (1 - X_{CO_2^0})}{X_{O_2^0} (1 - X_{CO_2} - X_{CO} - X_{O_2})}$$

Substituindo  $\phi$  na Equação 4.11 e realizando as simplificações tem-se a Equação 4.12.

$$\dot{q}'' = k \sqrt{\frac{\Delta P}{T}} \frac{\xi(X_{O_2}, X_{CO_2}, X_{CO})}{\eta(X_{O_2}, X_{CO_2}, X_{CO})} \quad (4.12)$$

onde,

$$\xi = (X_{CO_2^0} - 1)X_{O_2}^2 + X_{O_2^0}X_{O_2} - X_{O_2^0}X_{O_2}X_{CO_2} - X_{O_2^0}X_{O_2}X_{CO} + \\ 0,172X_{O_2^0}X_{O_2}X_{CO} - 0,172X_{O_2}X_{CO} + 0,172X_{CO_2^0}X_{O_2}X_{CO}$$

$$\eta = (1 - X_{O_2^0} - 1,105 + 0,105X_{CO_2^0})X_{O_2}^2 + 1,105X_{O_2^0}X_{O_2} - \\ 1,105X_{O_2^0}X_{O_2}X_{CO_2} - 1,105X_{O_2^0}X_{O_2}X_{CO}$$

$$k = 1,1 \times E \times X_{O_2^0} \times C$$

sendo  $E = 13,1 \times 10^3 \text{ kJ/kg de } O_2$ ,  $X_{O_2^0} = 0,21$  e  $C = 0,011678 \text{ m}^{1/2} \text{ kg}^{1/2} \text{ K}^{1/2}$ .

#### 4.5.3 Análise da correlação entre as grandezas de entrada

As correlações das grandezas de entrada foram determinadas segundo a Equação 4.8, para 10 amostras de polietileno de alta densidade.

Na Tabela 4.3 são apresentados os valores médios das correlações para cada par de grandezas de entrada.

Tabela 4.2 - Resultados médios das correlações de 10 amostras de polietileno de alta densidade.

Grandezas de entrada	$X_{O_2}$	$X_{CO_2}$	$X_{CO}$	$\Delta P$	$T$
$X_{O_2}$	<b>1,00</b>	<b>-0,94</b>	<b>-0,95</b>	<b>0,77</b>	<b>-0,91</b>
$X_{CO_2}$	-0,94	<b>1,00</b>	<b>0,97</b>	<b>-0,85</b>	<b>0,93</b>
$X_{CO}$	-0,95	0,97	<b>1,00</b>	<b>-0,76</b>	<b>0,87</b>
$\Delta P$	0,77	-0,85	-0,76	<b>1,00</b>	<b>-0,95</b>
$T$	-0,91	0,93	0,87	-0,95	<b>1,00</b>

Verifica-se que a correlação entre a pressão da placa de orifício e  $X_{O_2}$  foi de +0,77, e corresponde a um diferencial percentual de -3,8% com respeito ao limite de correlação plena e direta,  $r(X,Y) = +0,8$ .

Verifica-se também que a correlação entre a pressão da placa de orifício e o  $X_{CO}$  foi de -0,76, e corresponde a um diferencial percentual -5,0%, com respeito ao limite de correlação plena e inversa.  $r(X,Y) = -0,8$ .

Portanto, dos resultados apresentados é possível se afirmar que as grandezas de entrada podem ser consideradas correlacionadas e a Equação 4.10 é a indicada para a determinação da incerteza combinada.

#### 4.5.4 Coeficientes de sensibilidade associado às grandezas de entrada

Derivando parcialmente  $\dot{q}''$ , da Equação 4.12, em relação às grandezas de entrada, tem-se:

Coeficiente de sensibilidade com respeito à  $X_{O_2}$ , Equação 4.13.

$$\frac{\partial \dot{q}''}{\partial X_{O_2}} = k \sqrt{\frac{\Delta P}{T}} \times \quad (4.13)$$

$$\frac{\left[ 2(X_{CO_2} - 1)X_{O_2} + X_{O_2} - X_{O_2}X_{CO_2} - X_{O_2}X_{CO} + 0,172X_{O_2}X_{CO} - 0,172X_{CO} + 0,172X_{CO_2}X_{CO} \right] \times \eta}{\eta^2} -$$

$$\frac{\xi \times \left[ 2(1 - X_{O_2} - 1,105 + 0,105X_{CO_2})X_{O_2} + 1,105X_{O_2} - 1,105X_{O_2}X_{CO_2} - 1,105X_{O_2}X_{CO} \right]}{\eta^2}$$

Coeficiente de sensibilidade com respeito à  $X_{CO_2}$ , Equação 4.14.

$$\frac{\partial \dot{q}''}{\partial X_{CO_2}} = k \sqrt{\frac{\Delta P}{T}} \frac{\left[ -X_{O_2}X_{O_2} \right] \times \eta - \xi \times \left[ 1,105X_{O_2}X_{O_2} \right]}{\eta^2} \quad (4.14)$$

Coeficientes de sensibilidade com respeito à  $X_{CO}$ , Equação 4.15.

$$\frac{\partial \dot{q}''}{\partial X_{CO}} = k \sqrt{\frac{\Delta P}{T}} \times \quad (4.15)$$

$$\frac{\left[ -X_{O_2}X_{O_2} + 0,172X_{O_2}X_{O_2} - 0,172X_{O_2} + 0,172X_{CO_2}X_{O_2} \right] \times \eta - \xi \times \left[ -1,105X_{O_2}X_{O_2} \right]}{\eta^2}$$

Coeficiente de sensibilidade com respeito à  $\Delta P$ , Equação 4.16.

$$\frac{\partial \dot{q}''}{\partial \Delta P} = k \frac{1}{2\sqrt{\Delta P T}} \frac{\xi}{\eta} \quad (4.16)$$

Coeficiente de sensibilidade com respeito à  $T$ , Equação 4.17.

$$\frac{\partial \dot{q}''}{\partial T} = -k \frac{1}{2} \sqrt{\frac{\Delta P}{T^3}} \frac{\xi}{\eta} \quad (4.17)$$

#### 4.5.5 Determinação da incerteza combinada

Da somatória dos produtos de cada incerteza padrão,  $u_i$ , das grandezas de entrada da Tabela 4.1, pelos respectivos coeficientes de sensibilidade dado pelas Equações 4.13, 4.14, 4.15, 4.16 e 4.17, tem-se a Equação 4.18 que descreve o valor total da incerteza combinada da taxa de liberação de calor. A incerteza combinada corresponde ao desvio padrão da ação conjunta de todas as fontes de incerteza.

$$u_c(\dot{q}) = \left| \frac{\partial \dot{q}}{\partial X_{O_2}} \right| u(O_2) + \left| \frac{\partial \dot{q}}{\partial X_{CO_2}} \right| u(CO_2) + \left| \frac{\partial \dot{q}}{\partial X_{CO}} \right| u(CO) + \left| \frac{\partial \dot{q}}{\partial \Delta P} \right| u(\Delta P) + \left| \frac{\partial \dot{q}}{\partial T} \right| u(T) \quad (4.18)$$

Na Figura 4.14, são apresentadas as incertezas médias das grandezas de entrada para 10 medições, que correspondem ao produto de cada coeficiente de sensibilidade médio pela sua incerteza padrão em função do tempo.

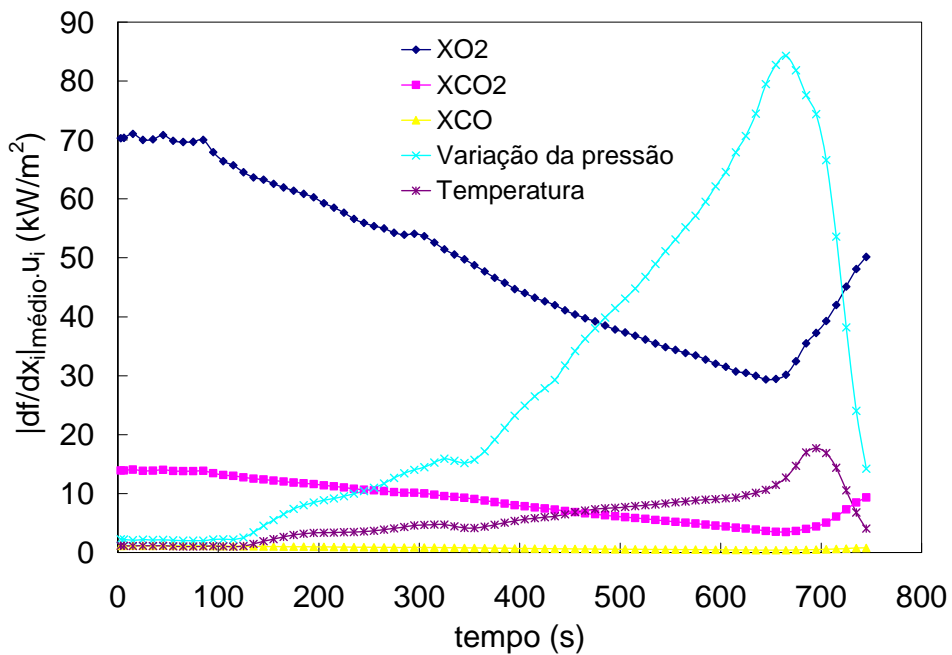


Figura 4.14 - Valores das incertezas médias das grandezas de entrada  $X_i$ .

Pode-se verificar que, no início da queima o maior contribuinte da incerteza média é devido à fração molar do oxigênio,  $X_{O_2}$ , seguido da fração molar do

dióxido de carbono,  $X_{CO_2}$ . Após a auto-ignição, a incerteza do  $X_{O_2}$  diminui e da variação da pressão na placa de orifício,  $\Delta P$ , aumenta numa razão inversa, passando esta ser a maior componente de influência. A fração molar do dióxido de carbono, após a ignição, passa a ter influência desprezível em comparação ao  $X_{O_2}$  e  $\Delta P$ .

Caso seja necessário agir sobre o sistema de medição para reduzir a incerteza combinada média, os esforços deveriam ser no sentido de diminuir as incertezas padrões da fração molar do oxigênio e da variação da pressão na placa de orifício, ou seja,  $u(X_{O_2})$  e  $u(\Delta P)$ .

Da revisão da literatura com respeito à avaliação da incerteza da medição da *HRR* verificou-se que:

- a) Bryant e Mulholland (2008) atribuíram uma contribuição significativa na incerteza combinada da *HRR* à *concentração de oxigênio* e da *vazão mássica*;
- b) Brohez (2005) atribuiu uma contribuição significativa na incerteza combinada da *HRR* à *concentração de oxigênio*, ao *calor de combustão* e a *vazão em massa*; e
- c) Enright e Fleischmann (1999) atribuíram uma contribuição significativa na incerteza combinada da *HRR* ao fator de expansão devido à fração de  $O_2$  que sofreu depleção, ao *calor efetivo de combustão* e a *concentração de oxigênio*.

Observa-se pelos trabalhos apresentados que a *concentração de oxigênio* e a *vazão em massa* são as maiores fontes de incerteza na medição da *HRR*, que vem ratificar o desenvolvimento realizado na determinação da incerteza da medição da *HRR* realizado pelo INPE/LCP.

#### 4.5.6 Determinação do número de graus de liberdade efetivos

Cada fonte de incerteza identificada possui o seu número de graus de liberdade. Ao se determinar a incerteza combinada, a ação lhe confere um número de graus de liberdade global, que possui as características de cada uma das partes, e chamado de número de graus de liberdade efetivos.

A determinação do número de graus de liberdade efetivos pode ser realizada a partir da incerteza e do número de graus de liberdade de cada fonte de incerteza considerada, pela equação de Welch-Satterthwaite (INMETRO, 2003, p.64; ALBERTAZZI, SOUSA, 2008, p.204) abaixo:

$$\frac{u_c^4}{V_{ef}^*} = \frac{u_1^4}{V_1^*} + \frac{u_2^4}{V_2^*} + \dots + \frac{u_n^4}{V_n^*} \quad (4.19)$$

onde,

$V_{ef}^*$  = número de graus de liberdade efetivos

$u_c$  = Incerteza combinada

$V_i^*$  = número de graus de liberdade da  $i$ -ésima fonte de incerteza

$u_i$  = incerteza-padrão da  $i$ -ésima fonte de incerteza

Cada grandeza de entrada, na medição da taxa de liberação de calor, é obtida a partir da leitura direta do mensurando no instrumento de medição. Devido ao fato do equipamento de medição ser digital (resolução = incremento digital), elas ocorrem em pontos no entorno da indicação, para cima ou para baixo, o que lhe confere uma componente essencialmente aleatória. Neste caso, a distribuição de probabilidade resultante é denominada distribuição uniforme ou retangular.

No caso da distribuição retangular, pode-se atribuir infinitos graus de liberdade, pois como ela é fechada dentro de um intervalo de -a até +a e, há 100% de certeza da variável estar contido no referido intervalo (REDE METROLÓGICA RS, 2009).

Portanto, pode-se considerar as densidades de probabilidade das grandezas de entrada do  $X_{O_2}$ ,  $X_{CO_2}$ ,  $X_{CO}$ ,  $\Delta P$  e  $T$  como retangulares e com infinitos graus de liberdade.

Dos valores das incertezas das grandezas de entrada, da Equação 4.18, e das considerações anteriores, pode-se determinar o número de graus de liberdade efetivos pela equação de Welch-Satterthwaite (INMETRO, 2003, p.64; ALBERTAZZI, SOUSA, 2008, p.204)

$$\frac{u_C^4}{v_{ef}^*} = \frac{\left( \left| \frac{\partial \hat{q}}{\partial X_{O_2}} \right| u(X_{O_2}) \right)^4}{\infty} + \frac{\left( \left| \frac{\partial \hat{q}}{\partial X_{CO_2}} \right| u(X_{CO_2}) \right)^4}{\infty} + \frac{\left( \left| \frac{\partial \hat{q}}{\partial X_{CO}} \right| u(X_{CO}) \right)^4}{\infty} + \frac{\left( \left| \frac{\partial \hat{q}}{\partial X_{\Delta P}} \right| u(\Delta P) \right)^4}{\infty} + \frac{\left( \left| \frac{\partial \hat{q}}{\partial X_T} \right| u(T) \right)^4}{\infty} \quad (4.20)$$

O termo do lado direito da Equação 4.20 tende a zero, pois a incerteza de cada grandeza de entrada é um número real e finito, onde se conclui que  $v_{ef}^* = \infty$ .

#### 4.5.7 Determinação da incerteza expandida

Para se obter a faixa de valores em que, com cerca de 95% de probabilidade, espera-se encontrar o erro aleatório do processo de medição, deve-se multiplicar a incerteza combinada pelo respectivo coeficiente de *Student*, também chamado de fator de abrangência ( $k$ ). Esta ação equivale a determinar uma quantidade equivalente à repetitividade da ação combinada de todas as fontes de incertezas, chamada de incerteza expandida e designada pela letra  $U$ , conforme Equação 4.21.

$$U = k \times u_c \quad (4.21)$$

Na Figura 4.15, é apresentado o resultado médio da taxa de liberação de calor para 10 ensaios realizados com *PEAD* e da respectiva incerteza expandida média. A incerteza expandida,  $U$ , equivale ao produto da incerteza combinada pelo fator de abrangência,  $k = 2$ , correspondente a infinitos graus de liberdade efetivos, (ALBERTAZZI; SOUSA, 2008, p. 400).

Com isto, existe cerca de 95% de probabilidade de se encontrar o erro aleatório do processo de medição, na faixa compreendida entre  $(HRR + U)_{\text{médio}}$  e  $(HRR - U)_{\text{médio}}$ .

De fato, conforme Figura 4.16 verifica-se que os 10 ensaios estão contidos na referida faixa. Caso se diminua os valores de  $u(X_{O_2})$  e  $u(\Delta P)$ , haverá uma menor dispersão dos resultados, diminuindo consequentemente a faixa compreendida entre  $(HRR + U)_{\text{médio}}$  e  $(HRR - U)_{\text{médio}}$ .

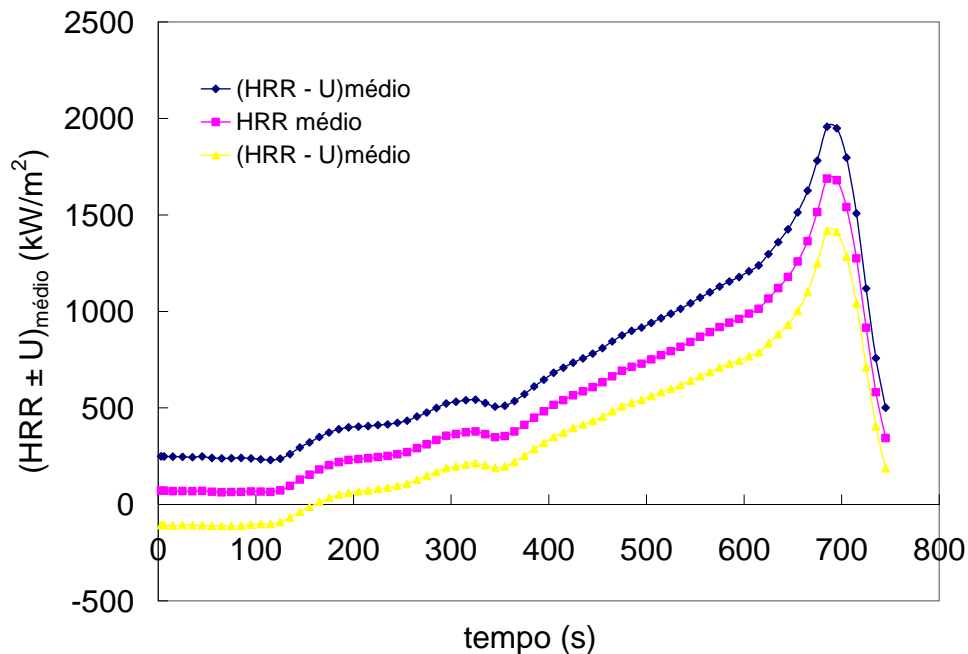


Figura 4.15 - Valores médios da taxa de liberação de calor e da incerteza expandida para 10 ensaios com *PEAD*.



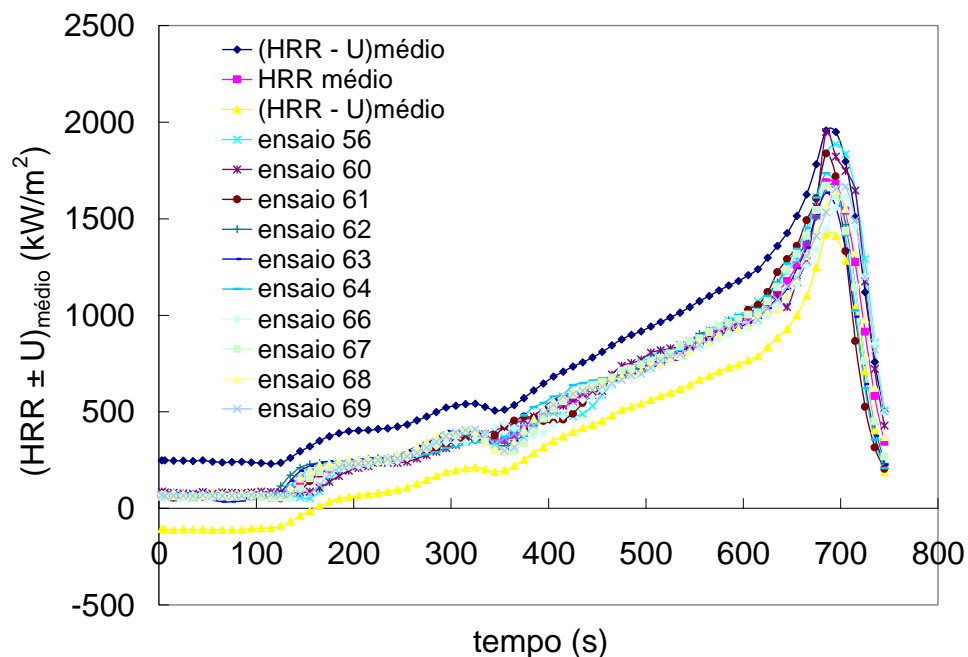


Figura 4.16 - Resultado da taxa de liberação de calor de 10 ensaios com *PEAD*, seus valores médios e a respectiva incerteza expandida média.

#### 4.5.8 Análise das variações dos níveis de incerteza

A avaliação da incerteza da medição é um parâmetro que permite ao usuário verificar o quanto um sistema de medição é o suficientemente adequado para uma determinada aplicação.

A incerteza de cada grandeza de entrada corresponde ao produto do coeficiente de sensibilidade pela sua incerteza padrão, primeiro e segundo parâmetros da Equação 4.22, respectivamente.

Segundo o Inmetro (2003, p. 19) o coeficiente de sensibilidade descreve como a estimativa da incerteza da grandeza de saída,  $G$ , varia com as alterações das estimativas das incertezas nas grandezas de entrada,  $X_i$ . Esse é um parâmetro intrínseco ao processo e depende das variações de  $u(X_i)$ .

Para que haja uma diminuição da incerteza (dúvida com respeito ao resultado) da medição da taxa de liberação de calor do calorímetro cônico, sugere-se a melhoria da qualidade metrológica do analisador de gases e do medidor automatizado de pressão, por meio da diminuição da incerteza  $u(X_i)$  destes dois componentes do sistema de medição.

$$\underbrace{\left| \frac{\partial G}{\partial X_i} \right|}_{\text{incerteza da grandeza } i} \underbrace{\overbrace{u(X_i)}^{\text{incerteza padrão do instrumento}}}_{\text{incerteza padrão do instrumento}} \quad (4.22)$$

À medida que se diminui uma ou mais incertezas padrão dos instrumentos de medição e, portanto, uma ou mais incerteza da grandeza (produto do coeficiente de sensibilidade pela incerteza padrão), a incerteza expandida também diminui e os resultados de "n" ensaios convergem, de forma que fiquem agrupadas nos limites  $(HRR + U)_{\text{médio}}$  e  $(HRR - U)_{\text{médio}}$  da Figura 4.17.

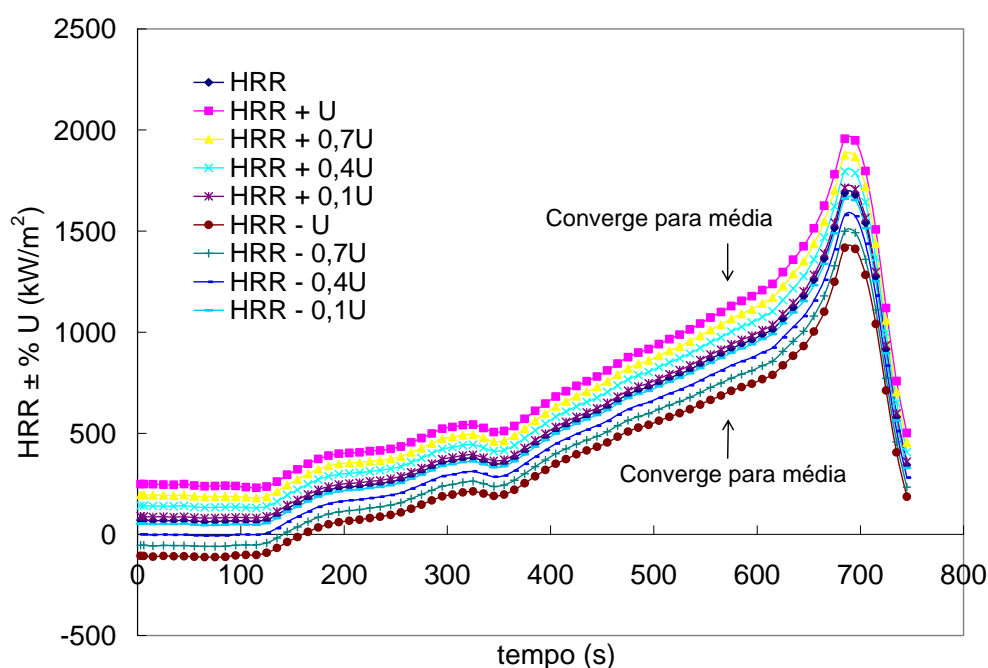


Figura 4.17 - Taxa de liberação de calor média de 10 ensaios com *PEAD* e os respectivos valores percentuais das incertezas expandidas.

A dispersão desejável dos resultados no processo de medição irá depender do processo no qual se está inserido, ou seja, um maior ou menor valor da incerteza expandida vai depender da necessidade para uma determinada aplicação, pois a sua diminuição implica em um aumento considerável na qualidade e custos de manutenção e calibração dos instrumentos utilizados.

Modificações nos valores das incertezas-padrão deve ser realizada como um todo, pois ao se diminuir uma determinada incerteza-padrão, relativamente as demais aumentarão. Um ponto ótimo entre todas as grandezas deve ser determinado em função do quanto se queira de qualidade metrológica e o do quanto se queira custear.

A ABNT (2005) sugere a participação de laboratórios de calibração e de ensaios em programas de intercomparações laboratoriais. Desta forma, é possível se verificar se a incerteza utilizada para um determinado processo se encontra em valores sub ou super estimados.

Nas Figuras 4.18, 4.19 e 4.20, são apresentadas as relações das incertezas de  $X_{O_2}$ ,  $X_{CO_2}$ ,  $X_{CO}$ ,  $\Delta P$  e  $T$  quando se variam as incertezas de  $X_{O_2}$  e  $\Delta P$  em 70%, 40% e 10% do valor inicial das incertezas apresentadas na Figura 4.14.

Na Figura 4.20, verifica-se que a diminuição das incertezas da  $X_{O_2}$  e  $\Delta P$  implica em um aumento relativo das incertezas de  $X_{CO_2}$  e  $T$ , ou seja, houve uma inversão das grandezas de entrada como a principal contribuinte de fonte de incerteza. O ponto ótimo deve ser obtido a partir da necessidade real do usuário.

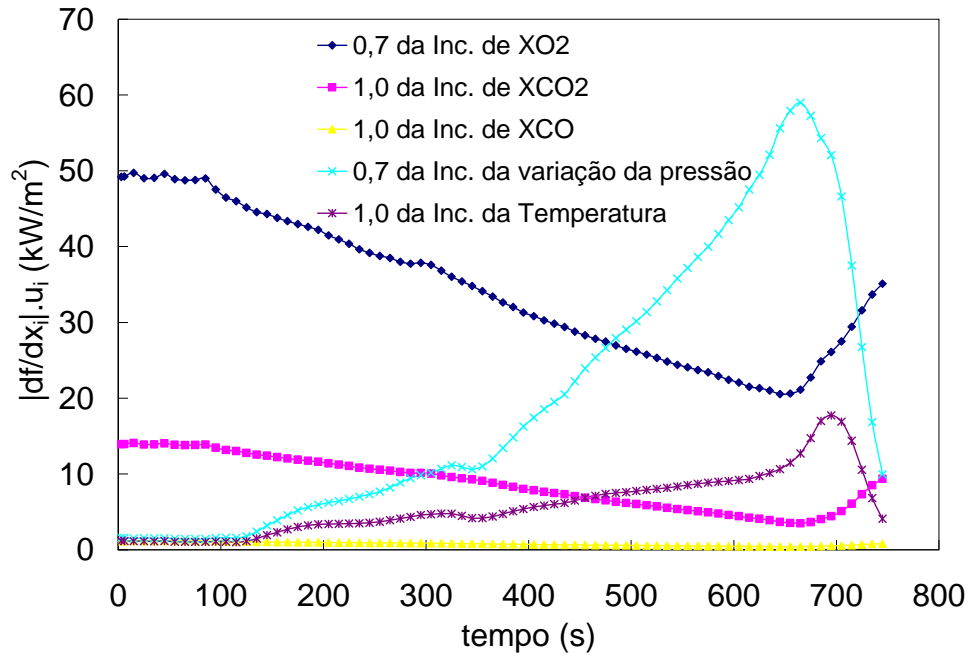


Figura 4.18 - Relação entre as incertezas de  $X_{O_2}$ ,  $X_{CO_2}$ ,  $X_{CO}$ ,  $\Delta P$  e  $T$  em função da variação de 70% do valor inicial das incertezas de  $X_{O_2}$  e  $\Delta P$ .

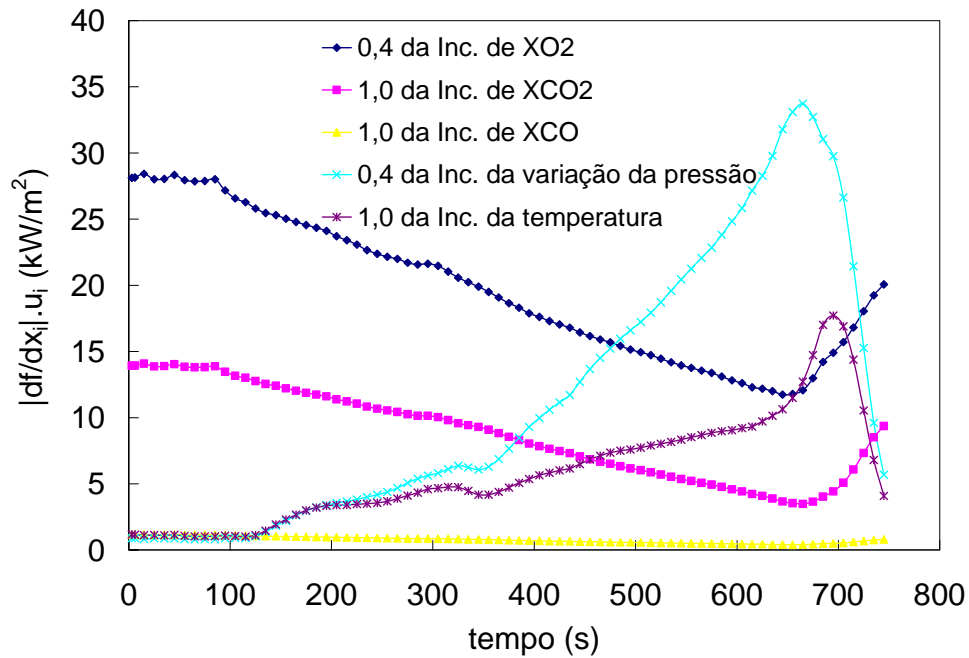


Figura 4.19 - Relação entre as incertezas de  $X_{O_2}$ ,  $X_{CO_2}$ ,  $X_{CO}$ ,  $\Delta P$  e  $T$  em função da variação de 40% do valor inicial das incertezas de  $X_{O_2}$  e  $\Delta P$ .

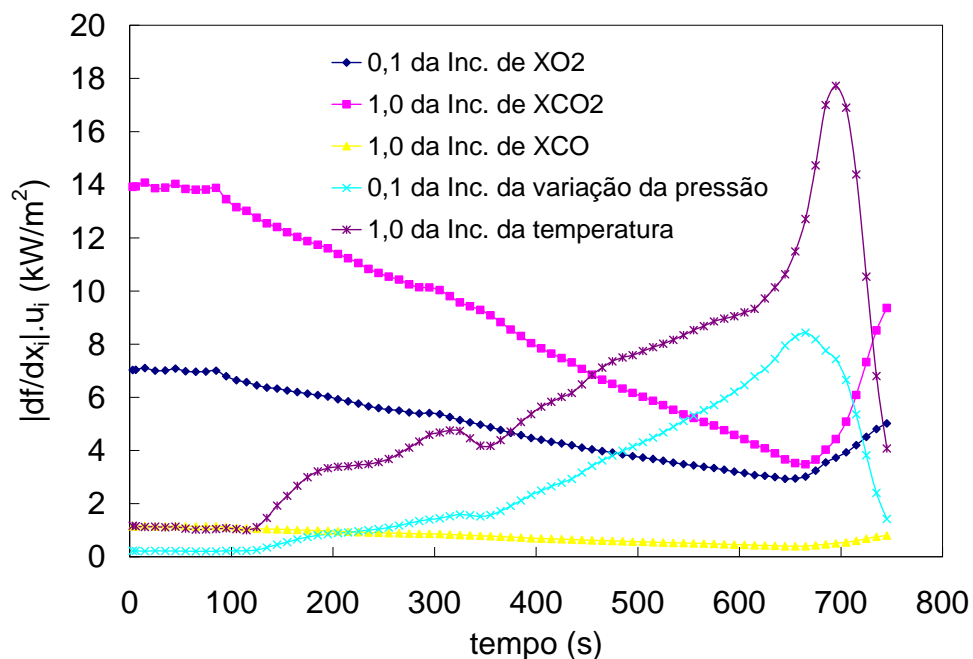


Figura 4.20 - Relação entre as incertezas de  $X_{O_2}$ ,  $X_{CO_2}$ ,  $X_{CO}$ ,  $\Delta P$  e  $T$  em função da variação de 10% do valor inicial das incertezas de  $X_{O_2}$  e  $\Delta P$ .

#### 4.6 Incertezas expandidas dos picos da *HRR* dos materiais ensaiados

Utilizando a metodologia do procedimento anterior é possível determinar as incertezas expandidas para os demais materiais poliméricos, com potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W, com e sem ignição externa.

Para a determinação das incertezas expandidas do *PEAD* foram utilizadas 10 amostras sob potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa.

Para os demais ensaios com *PEAD*, ou seja, potência de aquecimento de 2100 W, com ignição externa e potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa, foi utilizada apenas uma amostra nos processos de combustão.

Para os compostos de parafina e proteções térmicas foi utilizada apenas uma amostra na determinação das incertezas expandidas da faixa de medição, para

as mesmas potências de aquecimento e condições de acionamento do ignitor externo.

Na Tabela 4.3 são apresentadas as incertezas expandidas dos picos das taxas de liberação de calor das amostras de todos os materiais poliméricos ensaiados, para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W, com e sem ignição externa.

Tabela 4.3 - Resultados das incertezas expandidas dos picos das taxas de liberação de calor dos materiais poliméricos, para potência de aquecimento de 1500 W e 2100 W, com e sem ignição externa.

Material	Picos das incertezas expandidas da $HRR(kW/m^2)$			
	Com ignição externa		Sem ignição externa	
	1500 W	2100 W	1500 W	2100 W
<i>PEAD</i>	221	287	242	288
<i>Parafina</i>	338	342	291	316
<i>Parafina+CP</i>	293	356	317	358
<i>Parafina+CP+NF</i>	278	303	284	312
<i>Parafina+CP+NFC</i>	298	337	299	326
<i>LHNA 02/SC</i>	273	255	273	274
<i>LHNA 02</i>	215	203	214	216
<i>PTDT</i>	194	186	194	188
<i>PTDT/S-AM</i>	185	195	195	195

## 5 METODOLOGIA

### 5.1 Propriedades dos materiais

Nesta seção são descritas as principais propriedades dos materiais empregados na preparação das amostras que foram testadas neste trabalho. No Apêndice E é apresentada uma revisão sobre os principais conceitos relacionados às propriedades dos polímeros, assim como informações julgadas importantes, para um melhor entendimento desta classe de materiais.

#### 5.1.1 Polietileno de alta densidade

As poliolefinas são polímeros que têm como monômero uma olefina simples, e apresentam fórmula geral  $C_nH_{2n}$ . O polietileno é um dos tipos de poliolefina produzidas a partir da polimerização do etileno.

Entre os vários tipos de polietileno existentes, optou-se por utilizar o de alta densidade (*PEAD*) por apresentar cadeias extremamente lineares, o que favorece uma maior massa específica, melhores orientações espaciais, alinhamento e empacotamento das cadeias. Em consequência, as forças intermoleculares de Van der Waals interagem de forma mais eficiente, permitindo uma melhor cristalinidade e uma temperatura de fusão mais elevada (COUTINHO, 2003).

Suas principais características, conforme Anexo E, são: massa específica 0,95  $g/cm^3$ , ponto de fusão 130 °C, condutividade térmica entre 0,35 e 0,43  $W/(mK)$ , calor específico de 0,55  $cal/(g\ ^\circ C)$ , temperatura de ignição entre 340 e 440 °C, absorção de água inferior a 0,01%, expansão térmica linear de  $-17 \times 10^{-5}$  ( $1/K$ ) e calor de combustão de 46,0  $kJ/g$ .

### 5.1.2 Parafina

A parafina é uma substância formada por uma cadeia de hidrocarbonetos saturados, não solúvel em água, apolar, com coloração branca, inodora, baixa toxicidade, baixo custo e altamente inflamável.

A parafina utilizada nos ensaios foi obtida da companhia Comarplast Aditivos. Possui equação química  $C_nH_{2n+2}$ , e para valores de  $n$  acima de 20 se apresenta no estado sólido em condições ambientes, pois as forças de Wan der Waals, neste caso, favorecem a formação deste tipo de estrutura física.

Segundo seu certificado de qualidade, apresenta ponto de fusão entre 60,0 a 62,8 °C, ponto de ebulição de 290 °C a 101,325 kPa, ponto de fulgor de 236 °C, massa específica de 0,78 g/cm<sup>3</sup> a 80 °C, massa específica de 0,90 g/cm<sup>3</sup> a 25 °C obtida experimentalmente, massa molecular média de 280 kg/kmol, teor de óleo mínimo de 2,0% e calor de combustão de 43,8 kJ/g.

### 5.1.3 Corante preto

O corante em pó 33015-Preto é fabricado e fornecido pela Empresa Power Corantes Ltda., com fórmula molecular  $C_{29}H_{24}N_6$ . Apresenta-se estável em temperaturas próximas a do ambiente, mas em temperaturas elevadas favorece a formação de gases tóxicos de monóxido e dióxido de carbono e destina-se basicamente a coloração de sistemas aquosos para aplicação em parafinas, couro, madeira, etc.

Suas principais características são: ponto de fusão de 126,0 °C, ponto de fulgor de 175 a 185 °C, temperatura de ignição acima de 100 °C, apolar, inodoro e solúvel em cera, óleo mineral e parafinas.



Salvador verificou a solubilidade desse corante preto na parafina em proporções de 1%, 5% e 10% em massa (Salvador, 2009).

#### **5.1.4 Negro de fumo**

O negro de fumo, Raven 1255, na forma de pó foi fabricado e fornecido pela Empresa Columbian Chemicals Brasil, e possui duas propriedades que definem a maioria absoluta das suas aplicações: elevado poder de pigmentação e a capacidade de elevar substancialmente a resistência mecânica de borrachas.

Por apresentar uma estrutura polar, torna-a insolúvel na parafina que apresenta estrutura apolar. Em consequência, para que haja uma distribuição regular do negro de fumo na parafina é necessária a utilização de dispersantes em proporções adequadas (Salvador, 2009).

Suas principais características são: diâmetro da partícula de 32 nm, temperatura de ignição de 300 °C, massa específica entre 1,7 e 1,9 g/cm<sup>3</sup> a 20 °C, massa específica aparente entre 20 a 380 g/cm<sup>3</sup>, fórmula química C, estrutura amorfa, cor negra, inodora, sólida e insolúvel em água.

#### **5.1.5 Nanofibra de carbono**

As nanofibras de carbono utilizadas foram sintetizadas no laboratório de química do INPE/LCP por meio de um processo catalítico do feltro de carbono, que é um composto de microfibras de carbono entrelaçadas, medindo aproximadamente 15 µm de diâmetro e alguns centímetros de comprimento com superfície específica de 1 m<sup>2</sup>/g.

O processo catalítico utiliza gases do tipo hidrocarbonetos ou CO<sub>2</sub>, catalisadores de Fe, Co e Ni e temperaturas entre 400 a 900 °C. No final da etapa, verifica-se a síntese das nanofibras de carbono na superfície do feltro

com um rendimento de 100% em massa e aumento de sua superfície específica de 1  $m^2/g$  para 85  $m^2/g$ .

As nanofibras de carbono, preparadas segundo esta metodologia, apresentam diâmetros extremamente homogêneos (entorno de 30  $nm$ ), que permite uma interação intermolecular mais intensa provocadas pela forças de Van der Waals. Possui uma estrutura do tipo *fishbone* e apresenta propriedades que favorecem uma maior resistência dos materiais, elevada superfície específica, alta condutividade térmica e uma estrutura altamente reativa.

O corante preto, negro de fumo e a nanofibra de carbono foram adicionados à parafina em proporções em massa tais que permitiram apresentar características de combustão distintas.

#### **5.1.6 Proteções térmicas**

Os materiais utilizados em proteções térmicas (PT) de motores de foguetes, foram cedidos pelo DCTA/IAE por meio do então, Laboratório de Plásticos e Elastômeros (AQI-EPE), atual Laboratório de compósitos (AQI-LAC), que tem por atribuição a pesquisa, o desenvolvimento e os serviços nas áreas de proteções térmicas rígidas e flexíveis de materiais isolantes que possam ser utilizados em motores foguetes.

Todos os materiais do DCTA/IAE, ensaiados neste trabalho, são fabricados a base da resina *HTPB*, polibutadieno hidroxilado (*Hydroxyl-Terminated Polybutadiene*), que é composto de moléculas de butadieno com suas extremidades encerradas com um íon hidroxila  $[OH^-]$ . Destaca-se em poder incorporar, em altas porcentagens, uma variada quantidade de aditivos (aproximadamente 75% conforme a necessidade). É um líquido de cor amarelo claro, altamente viscoso, insolúvel em água. Embora seja usada como combustível de foguete de alta potência, não inflama facilmente e requer

temperaturas superiores a 773 K para que ocorra combustão. Suas principais características são: índice de hidroxila de  $(0,76 \pm 0,04)$  meq/g, teor de umidade máximo de 0,05%, índice de acidez máxima de 0,25 mg KOH/g e viscosidade de 7000 cpoise a 25°C.

O índice de hidroxila (*Ih*) é uma medida do conteúdo de hidroxila (OH) no polioli e é definido como a quantidade em miligrama de hidróxido de potássio por grama de amostra ou em miliequivalente de hidroxila existente em um grama de amostra. O termo polioli abrange uma grande variedade os compostos contendo grupos hidroxilas, capazes de reagir com os isocianatos para formar os poliuretanos (TAKAHASHI, et al., 1996, p.46).

O índice de acidez é definido como a quantidade de hidróxido de potássio, em miligrama, necessária para neutralizar os ácidos livres presentes em um grama de óleo ou gordura (COSTA, 2006, p.26).

#### *LHNA 02/SC*

O *LHNA 02/SC*, sem carga, foi processado como material de referência. Apresenta em média 91,1% de *HTPB*, 1,50% de plastificante, 0,01% de acelerador e 7,30% de agente de cura. O tempo de cura em estufa foi de 24 h, a uma temperatura de 60 °C.

#### *LHNA 02*

É aplicado sobre a estrutura metálica da região cilíndrica interna do envelope motor para atuar como isolante térmico. Apresenta em média 82,50% de *HTPB*, 7,20% de amianto, 2,7% de negro de fumo, 1,35% de plastificante, 0,01% de acelerador e 6,60% de agente de cura. O tempo de cura em estufa foi de 24 h, a uma temperatura de 60° C.

### *PTDT*

É a formulação consagrada e utilizada em proteções térmicas flexíveis coladas às extremidades de envelopes motores. Apresenta em média 63,42% de *HTPB*, 20% de pó de quartzo, 7,3% de AM (amianto) em pó, 2,7% de negro de fumo, 1,35% de plastificante, 0,01% de acelerador e 5,4% de agente de cura. O tempo de cura em estufa foi de 24 h, a uma temperatura de 60 °C.

### *PTDT/S-AM*

O AM foi substituído pelo pó de quartzo. A formulação apresenta 63,42% de *HTPB*, 27,10% de pó de quartzo, 2,71% de negro de fumo, 1,34% de plastificante, 0,01% de acelerador e 5,4% de agente de cura. O tempo de cura em estufa foi de 24 h, a uma temperatura de 60° C.

O plastificante usado foi o DBF (Dibutilftalato, n-butyl glycol phthalate) e o agente de cura foi o TDI (Toluenodiisocianato) para as quatro formulações. O plastificante *DBF* de fórmula  $C_{16}H_{22}O_4$  é um líquido aquoso, incolor, inodoro e insolúvel na água. Incompatível com nitratos, oxidantes fortes, álcalis fortes e ácidos fortes. Tem como função melhorar as propriedades mecânicas do propelente, tais como fluidez, flexão, dureza, alongamento e resistência à tração. O inconveniente deste plastificante é que geralmente, devido ao fato de não estarem amarrados à estrutura da cadeia polimérica, tendem a migrar pelo propelente sólido arrastando seus constituintes.

O agente de cura TDI tem como função promover a formação de ligações cruzadas já que a massa do propelente, com todos os seus constituintes, é líquida sendo, portanto, necessária a presença de um agente de *crosslink*, um reticulante, para que ocorra a cura da massa do propelente, ou seja, sua solidificação. Suas principais características são: líquido de cor amarelo claro,

altamente higroscópico, devendo ser manuseado em ambiente arejado e com equipamentos de segurança, pois é altamente tóxico.

## **5.2 Seleção das amostras e ensaios**

As amostras foram selecionadas segundo os seguintes critérios: aplicação no setor aeroespacial, custo, facilidade de obtenção e originalidade (materiais ainda não pesquisados). Os ensaios foram realizados em três grupos: (1) do polietileno; (2) dos compostos da parafina; e (3) das proteções térmicas.

Foram realizados 10 ensaios com polietileno de alta densidade, com potência de aquecimento de 2100 W, sem ignição externa, para se avaliar a incerteza da medição da taxa de liberação de calor e as demais características de inflamabilidade. Completando o primeiro grupo de resultados foram realizados mais 3 ensaios com apenas uma amostra, ou seja, um com potência de aquecimento de 2100 W, com ignição externa e dois com potências de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

O segundo grupo de resultados corresponde aos compostos da parafina:

- a) parafina sem aditivo (parafina pura);
- b) parafina com corante preto (*CP*);
- c) parafina com corante preto (*CP*) e negro de fumo (*NF*); e
- d) parafina com corante preto (*CP*) e nanofibra de carbono (*NFC*).

Foram realizados 4 ensaios com cada tipo de material, com e sem ignição externa, respectivamente, com potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W.

No terceiro grupo, foram ensaiadas as proteções térmicas do DCTA/IAE: *LHNA 02/SC*, *LHNA 02*, *PTDT* e *PTDT/S-AM*. Da mesma forma, também foram realizados 4 ensaios com cada um deles, com e sem ignição externa, respectivamente, com potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W.

### **5.3 Realização dos ensaios**

Os ensaios no calorímetro cônico se iniciaram em março de 2009 totalizando no final do período, agosto de 2011, 172 ensaios. Alguns ensaios foram realizados para familiarização com os processos de preparação e execução, não sendo computados estatisticamente, e outros que por situações adversas (queda na rede elétrica do INPE/LCP, por exemplo) foram desconsiderados.

Admitiu-se, inicialmente, a preparação das amostras e o processo de operação proposto por Castro (2005) na pesquisa de materiais celulósicos. No entanto, devido à mudança do material para polímero, algumas limitações no calorímetro surgiram e mudanças no seu projeto foram implementadas.

As execuções dos ensaios estão descritas no Apêndice A, por meio de um procedimento que orienta as suas reproduções, além de ser uma condição imprescindível quando da realização de programas de intercomparações laboratoriais com instituições que possuam este tipo de equipamento e procuram melhorar a confiabilidade dos seus resultados.

No Apêndice F.1, estão relacionadas informações sobre o número do ensaio na sequência geral, na sequência de um determinado material específico, da aplicação ou não de ignição externa, tipo de cadinho, potência utilizada, data e hora de suas realizações.

No Apêndice F.2, são apresentados, de uma forma geral, os principais aspectos observados durante os ensaios e as implementações para melhor processamento das informações fornecidas pelo calorímetro.

#### **5.4 Preparação das amostras**

Todas as amostras foram dimensionadas em 100 *mm* x 100 *mm* x 10 *mm*. Dependendo das propriedades dos materiais, em particular da sua resistência mecânica, foi estabelecida uma forma de preparação.

##### **5.4.1 Polietileno de alta densidade**

As amostras de polietileno de alta densidade (*PEAD*), com 100 *mm* x 100 *mm* x 10 *mm*, foram obtidas a partir de um cilindro de 500 *mm* de diâmetro por 150 *mm* de comprimento. Inicialmente, utilizando-se uma serra elétrica foi dado o formato aproximado e, em seguida, por meio de uma fresadora, chegaram-se às medidas finais, conforme Figura 5.1.



Figura 5.1 - Placa de polietileno de alta densidade.

#### 5.4.2 Parafina sem aditivo

A preparação do corpo de prova da parafina é realizada a partir do carregamento do cadinho com parafina fundida, numa quantidade equivalente a uma placa de 100 mm x 100 mm x 10 mm, que para uma massa específica de 90,0 g/cm<sup>3</sup>, corresponde a uma massa de 90,0 g.

Na Figura 5.2 de (a) até (e), são apresentados os utensílios utilizados para a sua preparação. Como parte da massa fica aderida tanto na calha quanto no recipiente metálico, a massa total de parafina fundida foi definida como 93,0 g.



Figura 5.2 - Cadinho (a); parafina na forma granulada (b); recipiente metálico (copo) (c); calha de aço 304 (d); e bujão de gás com maçarico (e).

As etapas de preparação são:

- Preparar o cadinho (a) com material isolante na base e papel alumínio na lateral, descrito no item 4.2 do procedimento para operação do calorímetro cônico, apêndice A;



- Com o copo (c) sobre a balança, mede-se a massa de parafina desejada (93,0 g);
- Sobre a bancada, funde-se a parafina (b) com a chama do maçarico (e); e
- Com o cadinho já sobre a balança, inicia-se o carregamento, conforme Figura 5.3, por meio da calha (d), que permite o escoamento do material para o seu interior. O carregamento é cessado quando se atinge 90,0 g. Em seguida, a amostra fica em repouso até sua completa solidificação.



Figura 5.3 - Carregamento do cadinho com amostra de parafina.

Na Figura 5.4, é apresentada uma amostra de parafina pronta para ser ensaiada. O aspecto escuro da parafina e do cadinho se deve à parafina ser translúcida e o cadinho ter sido submetido a vários ensaios que lhe conferiu uma coloração escura.

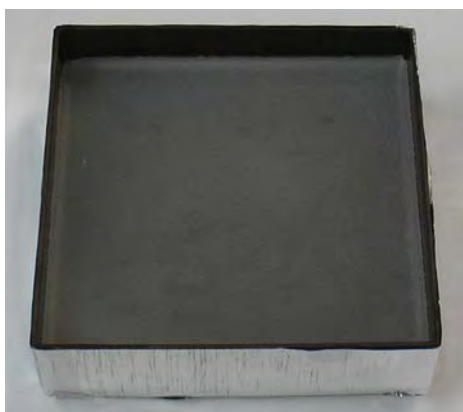


Figura 5.4 - Amostra de parafina pronta para ensaio.

#### 5.4.3 Parafina e corante preto

O procedimento para preparação da amostra de parafina com corante em pó 33015-preto (*CP*) é semelhante à preparação da amostra de parafina sem aditivo, exceto pelo fato da amostra ter que ser misturada continuamente durante seu processo de fusão.

A massa equivalente a uma placa de 100 *mm* x 100 *mm* x 10 *mm* e a total fundida continua sendo 90,0 *g* e 93,0 *g*, respectivamente. Na Tabela 5.1 são apresentados os valores das massas proporcionais a cada quantitativo. O percentual de 0,5% de corante preto é baixo, devido o seu alto poder de coloração e pelo fato que grandes quantidades poderem alterar significativamente as propriedades da parafina (RABELLO, 2000).

Tabela 5.1 - Resultados da massa fundida inicial e da massa final da amostra de parafina e corante preto.

Substância	% em massa	Massa fundida inicial (g)	Massa final da amostra (g)
Parafina	99,5	92,54	89,55
Corante preto ( <i>CP</i> )	0,5	0,46	0,45
Total	100,0	93,00	90,00

#### 5.4.4 Parafina com corante preto e negro de fumo

Para se verificar as características de inflamabilidade dos grãos proposto por Salvador (2009, p.56) foi feita uma adaptação àquela composição, utilizando-se corante em pó 33015-preto (*CP*), o negro de fumo Raven-1255 (*NF*) e o dispersante Disperbyk-2150. Na Tabela 5.2, são apresentados os resultados das massas proporcionais a cada quantitativo.

Tabela 5.2 - Resultados da massa fundida inicial e da massa final da amostra de parafina, corante preto e negro de fumo, proporcional as suas quantidades totais de um grão utilizado em propulsão híbrida.

Substância	% em massa	Massa fundida inicial (g)	Massa final da amostra (g)
Parafina	97,89	91,03	88,05
Corante preto ( <i>CP</i> )	0,11	0,10	0,10
Negro de fumo ( <i>NF</i> )	0,50	0,47	0,45
Dispersante	1,50	1,40	1,40
Total	100,00	93,00	90,00

Fonte: Adaptada de Salvador (2009, p.56).

#### 5.4.5 Parafina com corante preto e nanofibra de carbono

O procedimento para a preparação da amostra de corante preto (*CP*) e nanofibra de carbono (*NFC*) é idêntico a preparação da amostra de parafina com corante preto (*CP*) e negro de fumo (*NF*), inclusive com respeito às proporções, Tabela 5.3.

Tabela 5.3 - Resultados da massa fundida inicial e da massa final da amostra de parafina, corante preto e nanofibra de carbono, proporcional as suas quantidades totais de um grão utilizado em propulsão híbrida.

Substância	% em massa	Massa fundida inicial (g)	Massa final da amostra (g)
Parafina	97,89	91,03	88,05
Corante preto (CP)	0,11	0,10	0,10
Nanofibra de carbono (NFC)	0,50	0,47	0,45
Dispersante	1,50	1,40	1,40
Total	100,00	93,00	90,00

Fonte: Adaptada de Salvador (2009, p.56).

#### 5.4.6 Proteções térmicas

As amostras de *liners* de 100 mm x 100 mm x 10 mm foram obtidas de discos de 300 mm de diâmetro e 10 mm de espessura cedidos pelo DCTA/IAE. De cada disco foi possível obter 4 amostras de *LHNA 02/SC*, *LHNA 02*, *PTDT* e *PTDT/S-A* nas dimensões estabelecidas.

As proteções térmicas são materiais que possuem baixa rigidez, o que dificulta bastante o seu corte nas dimensões supracitadas. Sua fusão e, posteriormente, a sua solidificação com o intuito de se obterem as dimensões apropriadas, alteraria drasticamente a sua estrutura molecular sendo, portanto, eliminada esta possibilidade. O fresamento ou outro processo de laminação também não se mostraram adequados, devido à impossibilidade de se fixar o material nas máquinas de usinagem.

As dimensões estabelecidas foram obtidas por meio de uma ferramenta especial, que permitiu a fixação do disco na região desejada e o corte sendo

feito com uma lâmina delgada. Na Figura 5.5 é apresentado um corte para o *LHNA 02/SC*.

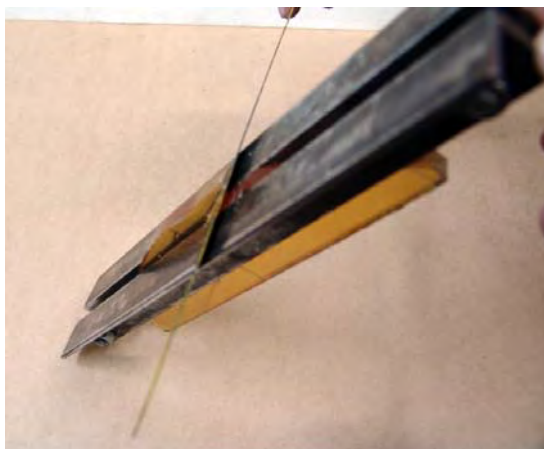


Figura 5.5 - Preparação da amostra de *LHNA 02/SC*.

Na Figura 5.6 são apresentadas as amostras de *LHNA 02/SC* (a) e de *LHNA 02* (b). Esta última apresenta a mesma coloração do *PTDT* e *PTDT/S-AM* devido à presença do negro de fumo nas suas constituições.

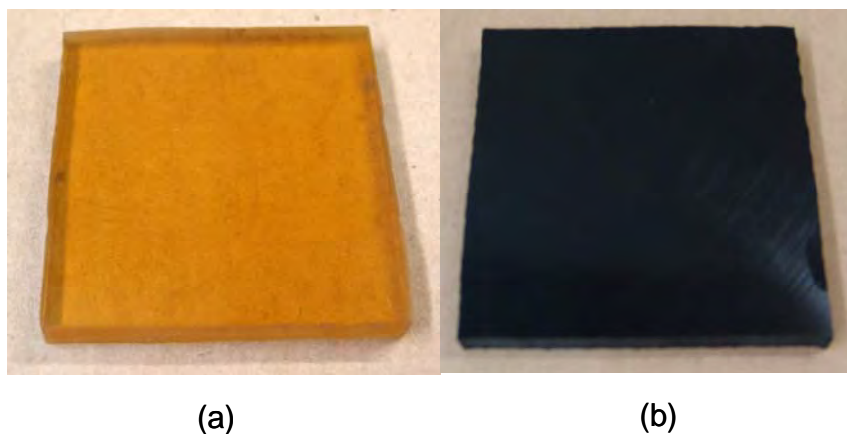


Figura 5.6 - Amostras de *LHNA 02/SC* (a) e *LHNA 02* (mesma coloração do *PTDT* e *PTDT/S-AM*) (b).



## 6 RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 6.1 Considerações iniciais

Nesta seção é realizada uma descrição das fases ou etapas de queima de polímeros em um calorímetro cônico buscando-se correlacioná-las com os procedimentos durante os ensaios. Para exemplificação, tomou-se como referência o ensaio de uma amostra de polietileno de alta densidade (*PEAD*), para potência de aquecimento de 2100 W de potência irradiada, sem ignição externa. Os compostos de parafina e as proteções térmicas (liners) testadas apresentaram um comportamento similar.

A Figura 6.1 mostra as fases de queima de uma amostra de polímero em um calorímetro cônico com base em uma curva da taxa de consumo de massa.

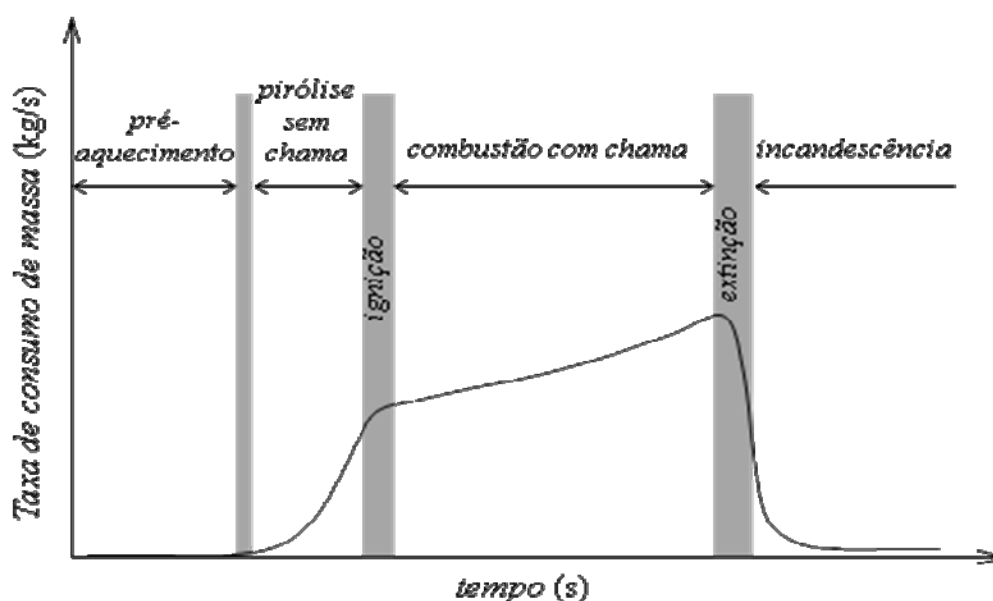


Figura 6.1 - Fases de queima de uma amostra de polímero em um calorímetro cônico com base na taxa de consumo de massa.

Podem ser identificadas na Figura 6.1 as fases de pré-aquecimento, pirólise sem chama, ignição, combustão com chama, extinção da chama e

incandescência. No entanto, deve-se notar que a curva de perda de massa pode tomar outras formas em função da composição, das dimensões da amostra e também do calor externo fornecido, conforme se poderá constatar nos resultados a serem apresentados.

A Figura 6.2 mostra a evolução no tempo de várias propriedades durante a queima de uma amostra de *PEAD* no calorímetro cônico. São indicadas as fases de pré-aquecimento, pirólise sem chama, ignição, combustão com chama, extinção da chama e incandescência.

O sensor da balança se encontra mecanicamente ligada à amostra e o sensor do termopar da região da chama está a 25 *mm* do centro da amostra. Por esta razão estes são os primeiros instrumentos a enviarem dados do processo, seguidos do termopar do anel de amostragem, do termopar da placa de orifício e do manômetro de pressão por se encontrarem a uma distância comparativamente superior.

Por último, têm-se as medições das frações molares dos gases e, de forma indireta, o cálculo da taxa de liberação de calor (*HRR*), que apresentam um atraso de medição maior, pelo fato de seus sensores estarem mais afastados ainda.

Todas as curvas são apresentadas fora de escala para uma melhor visualização e, em tempo real, sem se efetuar a compensação dos atrasos.



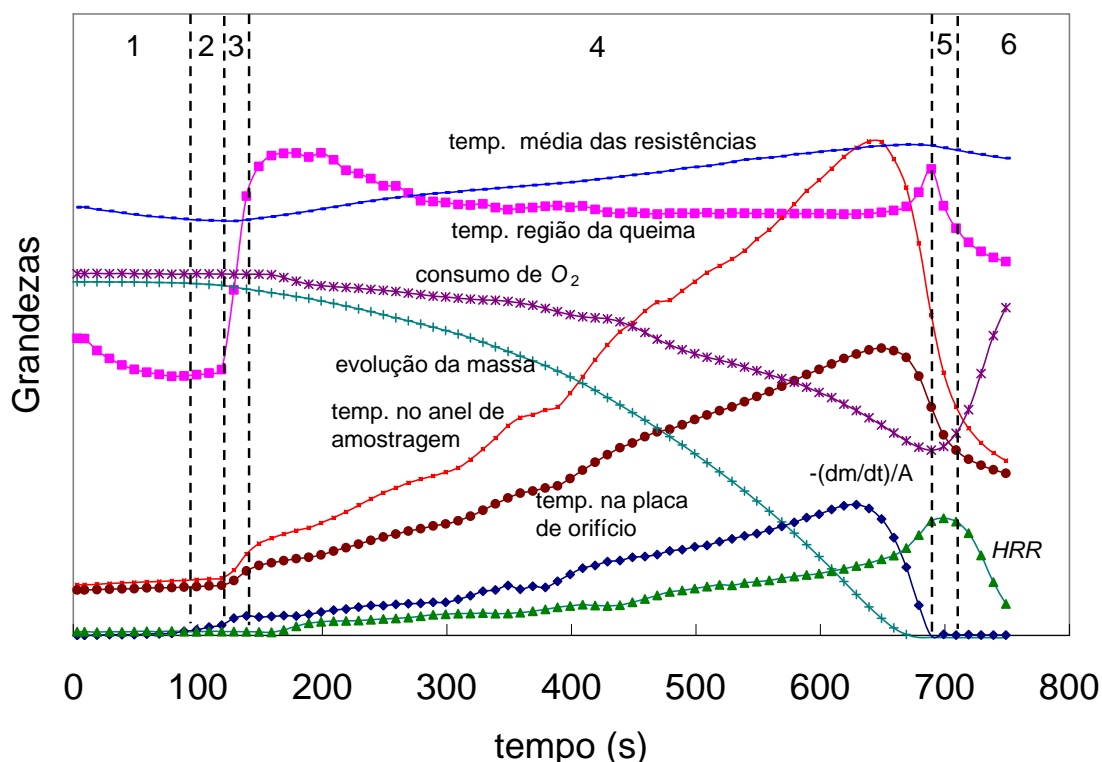


Figura 6.2 - Regiões características de queima e o comportamento de algumas grandezas para o PEAD, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa.

- Legenda:
- 1 - região de pré-aquecimento
  - 2 - região de pirólise sem chama
  - 3 - região de ignição
  - 4 - região de combustão com chama
  - 5 - região de extinção da chama
  - 6 - região de queima incandescente

#### *Região de pré-aquecimento*

A região de pré-aquecimento ocorre nos momentos iniciais quando a amostra fica sujeita ao fluxo de calor radiante do calorímetro. Nesta fase não há variação significativa de massa da amostra.

O tempo inicial corresponde à retirada da placa refratária entre o calorímetro (pré-aquecido) e a amostra. O termopar localizado na região da chama recebe a energia radiante das resistências elétricas que se encontram a uma temperatura em torno de 580 °C, e registra imediatamente a temperatura nesta

região. Devido aos efeitos convectivos gerados pela retirada da placa refratária, ocorre uma diminuição das temperaturas do termopar da região de queima e das resistências elétricas (nestas com um menor gradiente).

A transferência de calor para a amostra durante esta fase ocorre principalmente pela radiação térmica do cone aquecedor, sendo a condução minimizada pelo isolamento térmico do cadinho.

#### *Região de pirólise sem chama*

Na região de pirólise sem chama ocorre a liquefação e gaseificação do polímero.

Nesta fase do processo, podem ser liberados (GALLO; AGNELLI, 1988):

- a) Gases combustíveis, tais como alcanos, alcenos, formaldeído e monóxido de carbono;
- b) Gases não combustíveis, tais como vapor d'água e dióxido de carbono;
- c) Líquidos, usualmente fragmentos das cadeias poliméricas;
- d) Partículas sólidas, tais como fuligem, fibra de vidro e cargas minerais;  
e
- e) Radicais livres.

Segundo Gallo e Agnelli (1998), as diferentes combinações físicas dessas substâncias é que dão origem à fumaça. De fato, ocorre tal efeito antes da ignição para todos os materiais, sendo mais característico nos compostos derivados de *HTPB*.

Por processos de reações específicos, ocorre a formação de um grande número de diferentes espécies químicas, tais como: variados tipos de hidrocarbonetos de baixa massa molecular e os radicais livres altamente reativos. Tais espécies se dirigem à zona de queima gasosa onde se inicia a etapa de ignição.

### *Região de ignição*

À medida que se difundem, a partir da superfície do material polimérico, os gases combustíveis liberados pela pirólise reagem na região de queima gasosa com o oxigênio, que se difunde em sentido contrário. As condições de temperatura e concentração de gases combustíveis e de oxigênio atingem níveis tais que permitem a ignição por meio de uma fonte externa de calor ou, se a temperatura for suficientemente alta, por auto-ignição (GALLO; AGNELLI, 1988).

A chama formada numa determinada área da amostra, após a ignição, cruza o termopar da região da chama que faz o registro do aumento súbito da temperatura. O fluxo de calor externo das resistências se soma ao fluxo de calor da chama, o que provoca um aumento da taxa de consumo de massa, do consumo de  $O_2$  e aumento de  $HRR$ . O tempo de ignição ou auto-ignição é definido como tempo em que ocorre o cruzamento da chama pelo termopar.

Nessa etapa, fica caracterizado um atraso das informações nos sensores de aquisição dos gases por se encontrarem a uma distância comparativamente maior que os sensores que se encontram no entorno ou próximo da chama (temperaturas, massa e pressão). Na Tabela 6.1, são apresentados os atrasos do  $O_2$ ,  $CO_2$  e  $CO$  de todos os materiais testados, para potência de aquecimento de 2100 W, e também da  $HRR$  por se tratar de uma medida indireta dessas grandezas.

A correção da curva da *HRR* é realizada fazendo-se o seu deslocamento para a esquerda em aproximadamente 30 s, que equivale a coincidir os primeiros registros perceptíveis da *HRR* e da taxa de consumo de massa.

Tabela 6.1 - Atraso das medidas da taxa de liberação de calor e seus gases constituintes com respeito ao tempo de auto-ignição, para todos os compostos analisados e potência de aquecimento de 2100 W.

Material	Tempos de atraso (s)			
	<i>HRR</i>	O <sub>2</sub>	CO <sub>2</sub>	CO
<i>Parafina</i>	30	30	20	20
<i>Parafina/CP</i>	40	40	20	20
<i>Parafina/CP/NF</i>	30	30	20	20
<i>Parafina/CP/NFC</i>	40	40	20	20
<i>PEAD</i>	30	40	30	30
<i>LHNA 02/SC</i>	30	30	20	20
<i>LHNA 02</i>	40	40	30	30
<i>PTDT</i>	30	30	20	20
<i>PTDT/S-AM</i>	40	40	30	30

#### *Região de combustão com chama*

Após a ignição ou auto-ignição forma-se uma chama de forma aproximadamente piramidal. O processo de pirólise prossegue liberando gases combustíveis que são transportados por convecção e difusão até a zona da chama, queimando com o oxigênio atmosférico transportado por difusão e convecção da região externa à chama.

A taxa de consumo de massa nessa região aumenta com consequente aumento da *HRR* e das temperaturas no anel de amostragem e na placa de orifício. A temperatura média das resistências também aumenta, mas com menor gradiente inicial.

Com a proximidade de término da massa da amostra, verifica-se a presença de um ponto de inflexão na curva de evolução de massa e a consequente presença de um ponto de máximo na curva da taxa de consumo de massa.

A temperatura da região da chama após sofrer um aumento súbito durante a ignição ou auto-ignição, diminui gradativamente, provavelmente devido ao afastamento da chama do termopar, ficando com sua extremidade (sensor) abaixo da chama e exposta aos gases produzidos pela pirólise. As temperaturas do anel de amostragem e da placa de orifício aumentam durante a fase de queima com chama devido ao aquecimento gradativo do anel, da placa e da tubulação por onde passam os gases de exaustão.

Os picos ou mudanças de curvatura nas temperaturas do anel de amostragem e da placa de orifício apresentam um pequeno atraso em relação aos picos e mudança de curvatura na taxa de consumo da amostra, pelo fato do registro de massa ocorrer de forma antecipada ao registro das temperaturas.

Conforme já descrito na seção 3.5, não ocorre perda de massa por respingamento ou borbulhamento durante toda fase de queima devido ao fato do cadinho possuir inicialmente 15 mm de distância entre a superfície da amostra e o topo do cadinho e aumentando durante o consumo de massa.

Stoliarov et al. (2009) definiram o calor total liberado por unidade de massa ( $J/kg$ ), como a integral numérica da taxa de liberação de calor normalizado pela massa inicial corrigida. Nos ensaios do INPE/LCP não há correção da mesma, pois todo o material combustível é consumido.

O mesmo grupo de pesquisadores definiu também a taxa de liberação de calor média,  $HRR_{média}$  ( $KW/m^2$ ), como o a integral numérica da taxa de liberação de calor dividido pelo tempo de queima.

### *Região de extinção da chama*

À medida que o material combustível vai diminuindo, chega-se a um ponto em que o calor gerado pelas reações de combustão não é mais suficiente para sustentar o mecanismo de retroalimentação térmica e o processo de combustão com chama se extingue.

A chama ao se extinguir cruza mais uma vez o termopar da região da chama e fornece este registro com um pico temperatura. Tal observação é corroborada pelo término da massa verificada nas curvas de evolução de massa e taxa de consumo de massa. Por observação, o tempo de extinção da chama é definido como o tempo em que ocorre o cruzamento da chama pelo termopar mais 10 s.

### *Região de queima incandescente*

Segundo a ASTM E 1354-03 (2003, p.10), o tempo da queima sem chama ou queima incandescente se estende do tempo em que ocorre a extinção da chama mais 2 min.

Nessa região ainda há registro da taxa de liberação de calor devido ao atraso na medição dos gases.

Define-se o tempo de queima com chama como o intervalo entre o tempo de ignição ou auto-ignição e 10 s após a extinção da chama.

## **6.2 Resultados experimentais das características de inflamabilidade do polietileno de alta densidade (PEAD), com potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W, com e sem ignição externa**

Inicialmente são apresentadas as descrições mais relevantes com respeito aos ensaios de determinação de características de inflamabilidade do PEAD realizados no calorímetro do Laboratório Associado de Combustão e Propulsão (LCP) do INPE.

Os tempos de queima variam significativamente com a potência irradiada pelo calorímetro. Quanto maior for a potência de aquecimento, mais rápida é a queima, conforme se verifica na Figura 6.3 até a Figura 6.6 que mostram a evolução da massa e da massa normalizada com potência de aquecimento de 1500 W e 2100 W. No caso particular do PEAD a diferença é, em média, de 6 min.

Da Figura 6.7 (potência de aquecimento de 1500 W) e da Figura 6.8 (potência de aquecimento de 2100 W), com e sem ignição externa, que descrevem os perfis de temperaturas na região da chama, no anel de amostragem, na placa de orifício e média das resistências, observa-se que o ignitor externo (centelhador) antecipa o início da queima.

A potência adicional do centelhador é de aproximadamente 21 W, acionado a cada 2 s com interrupção de 1 s, sendo retirado da região da amostra após a ignição (ASTM E 1354-03, 2003). Embora a potência do centelhador seja aproximadamente 71 e 100 vezes menor que a potência de aquecimento do calorímetro, 1500 W e 2100 W, verifica-se uma antecipação de 150 s e 40 s, respectivamente, nos tempos de ignição. O adiantamento da ignição pelo uso do centelhador torna-se mais significativo quando a potência de aquecimento é menor, porque a liberação de voláteis é mais lenta e, conseqüentemente, a

formação de uma mistura de voláteis e ar com uma composição acima do limite inferior de inflamabilidade leva mais tempo.

Verificou-se nos ensaios uma variação nos tempos de ignição e de auto-ignição para uma mesma potência de aquecimento. Entre os fatores para tais variações podem ser citados: variação no posicionamento da amostra; e variação da potência irradiada das resistências elétricas do calorímetro, pois o sistema funciona de forma retroalimentada o que permite uma variação média de  $\pm 50\text{ W}$  nas resistências do calorímetro, ou seja,  $\pm 3,3\%$  e  $\pm 2,4\%$ , respectivamente, com respeito às potências de aquecimento de  $1500\text{ W}$  e  $2100\text{ W}$ .

Pode-se verificar que os tempos iniciais do primeiro registro de variação da *HRR* (potência de aquecimento de  $1500\text{ W}$ ), Figura 6.9, coincide com o tempo inicial de variação de  $\text{O}_2$ , seguido do  $\text{CO}_2$  e  $\text{CO}$  (potência de aquecimento de  $1500\text{ W}$ ), Figura 6.10. O registro do *UHC* (hidrocarbonetos não-queimados) ocorre antes do  $\text{NO}_x$  (potência de aquecimento de  $1500\text{ W}$ ), Figura 6.11. A mesma constatação pode ser verificada para potência de aquecimento de  $2100\text{ W}$ , conforme mostram a Figura 6.12, a Figura 6.13 e a Figura 6.14. As referidas variações ocorrem pelo fato dos sensores dos analisadores serem acionados em momento distintos.

As taxas de consumo de massa para ambas as potências de aquecimento, mostradas na Figura 6.15 e na Figura 6.16, apresentam tempos de variações iniciais inferiores aos das taxas de liberação de calor apresentadas na Figura 6.9 e na Figura 6.12 correspondendo ao atraso da *HRR* devido ao deslocamento dos gases da amostra até os analisadores de gases.

As diferenças entre os picos da *HRR*, da Figura 6.9 e da Figura 6.12, para os processos com e sem ignição externa, com potências de aquecimento de  $1500\text{ W}$  e  $2100\text{ W}$ , são respectivamente,  $-203\text{ kW/m}^2$  (pico da queima com ignição



externa abaixo do pico sem ignição externa) e  $+147 \text{ kW/m}^2$  (pico da queima com ignição externa acima do pico sem ignição externa). Do capítulo 4, Tabela 4.3, verifica-se que os valores das incertezas expandidas dos picos das taxas de liberação de calor, para potência de aquecimento de  $1500 \text{ W}$ , com e sem ignição externa, são de  $221$  e  $242 \text{ kW/m}^2$ , respectivamente. Para potência de aquecimento de  $2100 \text{ W}$  as incertezas expandidas dos picos da *HRR*, com e sem ignição externa são de  $287$  e  $288 \text{ kW/m}^2$ , respectivamente.

Assim, pode-se afirmar que as diferenças dos picos da *HRR* para as potências de aquecimento de  $1500 \text{ W}$  e  $2100 \text{ W}$  se encontram na faixa de 95% de probabilidade onde se espera encontrar o valor verdadeiro do mensurando da *HRR*. Do ponto de vista da incerteza de medição os valores dos picos das *HRR* representam adequadamente o valor verdadeiro do mensurando.

Ainda, da Figura 6.9 e da Figura 6.12, verifica-se que a média de pico da *HRR* (com e sem ignição externa) para potência de aquecimento de  $2100 \text{ W}$  é superior à média do pico da *HRR* (com e sem ignição externa) para potência de aquecimento de  $1500 \text{ W}$  em aproximadamente  $681 \text{ kW/m}^2$ .

Maiores potências de aquecimento implicam em maiores picos e gradientes iniciais das taxas de liberação de calor. Na Tabela 6.2 verifica-se que tanto os picos quanto os valores médios da taxa de liberação de calor aumentam com o aumento da potência de aquecimento incidente para um mesmo material e espessura.

Na Tabela 6.3 são apresentados os resultados das frações molares do mínimo de  $\text{O}_2$  e picos de  $\text{CO}_2$  e  $\text{CO}$ , para potências de aquecimento de  $1500 \text{ W}$  e  $2100 \text{ W}$  e sem ignição externa. Para potência de aquecimento de  $2100 \text{ W}$  há uma maior formação de  $\text{CO}_2$  e  $\text{CO}$ , maior consumo de  $\text{O}_2$  e, portanto, maior *HRR*.

Tabela 6.2 - Resultados dos picos das taxas de liberação de calor média de amostras de *PEAD*, para potências de aquecimento de 1500 *W* e 2100 *W* e sem ignição externa.

Potência de aquecimento ( <i>W</i> )	Pico da <i>HRR</i> ( <i>kW/m</i> <sup>2</sup> )	<i>HRR</i> <sub>média</sub> ( <i>kW/m</i> <sup>2</sup> )
1500	1380	574
2100	1886	688

Tabela 6.3 - Frações molares mínimas de *O*<sub>2</sub> e picos de *CO*<sub>2</sub> e *CO*, para potências de aquecimento de 1500 *W* e 2100 *W* e sem ignição externa.

Propriedade	Frações molares (%)		Diferença (%)	Desvio em relação a 1500 <i>W</i> (%)
	Potência de aquecimento de 1500 <i>W</i>	Potência de aquecimento de 2100 <i>W</i>		
<i>O</i> <sub>2</sub>	8,14	10,35	-2,21	27,1
<i>CO</i> <sub>2</sub>	6,20	7,69	-1,49	24,0
<i>CO</i>	0,08	0,12	-0,04	50,0

Na Figura 6.11 e na Figura 6.14 verificam-se dois picos de *UHC*. Um na ignição ou auto-ignição (muito bem definido) e outro na extinção da chama (com grandes variações). O pico inicial de *UHC* deve-se a uma queima incompleta na ignição. O mesmo ocorre na extinção da chama uma vez que o calor gerado pelas reações de combustão não é mais suficiente para sustentar o mecanismo de retroalimentação térmica e ainda há material remanescente. Nas referidas figuras, os resultados dos picos de *UHC* com ignição externa foram menores que sem ignição externa, mostrando assim a menor liberação de *UHC* antes da ignição.

Na Figura 6.17 e na Figura 6.18 verifica-se que a vazão volumétrica se encontra compreendida na faixa de 0,012 a 0,035 *m*<sup>3</sup>/*s*, conforme previsto na ASTM E 1354-03 (2003). Seus valores, para ambas as potências, são em

média constantes, com a presença de pequenas flutuações, mas variando consideravelmente no final da queima com o término da chama. Quedas de pressão na placa de orifício são menores para densidades menores (maiores temperaturas) e, conforme se verifica na Equação 6.1, conduz a vazões volumétricas praticamente constantes.

Por outro lado, a vazão mássica, descrita pela Equação 6.2, corresponde ao produto de duas grandezas com perfis côncavos para cima e que contribui para a distribuição dos perfis característicos da vazão em massa.

$$\dot{Q} = C F A_0 \sqrt{2 \Delta P_{placa} / \rho_{mistura}} \quad (6.1)$$

$$\dot{m} = \rho_{mist} \dot{Q} = C F A_0 \sqrt{2 \times \Delta P_{placa} \times \rho_{mistura}} \quad (6.2)$$

Stoliarov et al. (2009) realizaram um estudo teórico e experimental da queima de polimetilmetacrilato (*PMMA*), poliestireno de alto impacto (*PEAI*) e polietileno de alta densidade (*PEAD*), visando analisar a penetração da radiação térmica em função da espessura ótica da amostra. Foram comparados resultados experimentais e teóricos para fluxos de calor externos de 25, 50 e 75  $kW/m^2$ , para espessuras das amostras variando entre fina (3,0 a 3,4) *mm*, média (7,7 a 9,4) *mm* e larga (24 a 29) *mm* e sem ignição externa.

Na Figura 6.19 e na Figura 6.20 são apresentados os resultados de Stoliarov et al. (2009) das medições da taxa de liberação de calor e da taxa de consumo de massa, para amostras de espessuras média, com fluxos de calor externo de 49 e 52  $kW/m^2$ , respectivamente, e sem ignição externa. Os círculos representam os resultados experimentais e as linhas contínuas azuis, as simulações numéricas.

Stoliarov et al. (2009), nos seus estudos de determinação das taxas de queima de materiais poliméricos não carbonizáveis, verificaram que:

- a) o calor total liberado, em  $J/kg$ , para uma mesma amostra independe do fluxo de calor incidente e da espessura da amostra; e
- b) o pico e o valor médio da taxa de liberação de calor aumentam com o aumento do fluxo de calor incidente, para um mesmo material e espessura.

Segundo Doak (1986) o calor de combustão ( $\Delta H_c$ ) do *PEAD* é igual a  $4,6 \times 10^7 J/Kg$ . Stoliarov et al. (2009) determinaram o valor médio do calor total liberado para 5 amostras de espessuras médias de *PEAD* como  $4,24 \times 10^7 J/kg$ , ou seja, um desvio de -7,8% com respeito a Doak (1986).

Na Tabela 6.4 são apresentados os resultados da determinação do calor total liberado, por unidade de massa, da queima de uma amostra, com e sem ignição externa, para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W, e se verifica uma variação percentual de 1,7% e 4,5% em relação a potência de aquecimento de 1500 W.

Tabela 6.4 - Resultados dos calores total liberado de *PEAD*, potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W, com e sem ignição externa.

Centelhador	Calor total liberado ( $MJ/kg$ )		Média ( $MJ/kg$ )	Desvio em relação a 1500 W (%)
	Potência de aquecimento de 1500 W	Potência de aquecimento de 2100 W		
com ig. ext.	42,012	42,741	42,377	1,7
sem ig. ext.	39,446	41,229	40,338	4,5

Ainda na Tabela 6.4 os desvios percentuais das médias do calor total liberado, dos processos com ignição externa ( $4,24 \times 10^7 J/kg$ ) e sem ignição externa ( $4,03 \times 10^7 J/kg$ ), com respeito ao resultado de Stoliarov et al. (2009) foram de 0,0 e -5,0%, respectivamente.

Na Figura 6.21 são apresentadas as taxas de liberação de calor medidas no calorímetro cônico do INPE/LCP de 3 amostras de *PEAD*, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa. Verifica-se que os resultados sem ignição externa tiveram uma boa repetitividade. O ensaio com ignição externa, conforme esperado, ocorreu de forma antecipada. O calor total liberado médio das 3 medições é de  $4,10 \times 10^7$  J/kg, portanto, um desvio percentual de -3,3% com respeito ao resultado apresentado por Stoliarov et al. (2009).

Na Figura 6.22 são apresentadas as taxas de liberação de calor medidas no calorímetro cônico do INPE/LCP com 11 amostras de *PEAD*, com potência de aquecimento de 2100 W, sendo 1 ensaio com ignição externa e 10 ensaios sem ignição externa. Os resultados com 10 medições apresentaram uma boa repetitividade. Nesse caso o calor total liberado médio das 11 medições foi de  $4,15 \times 10^7$  J/kg, portanto, um desvio percentual de -2,1% com respeito ao resultado apresentado por Stoliarov et al. (2009).

Dos dois grupos de resultados anteriores, verifica-se que o desvio dos calores totais liberados, entre os 3 ensaios com potência de aquecimento de 1500 W e 11 ensaios com 2100 W, é de apenas 1,3%, o que mostra a independência na medida do calor total liberado com potência de aquecimento utilizada.

Portanto, pode-se afirmar que o resultado médio de todas as 14 medições do calor total liberado é de  $(41,4 \pm 0,6) \times \text{MJ/kg}$ . O erro foi calculado tomando como referência a repetitividade de 14 medições multiplicado pelo coeficiente de *t* de student para 2 desvios padrão. Verifica-se que o intervalo de confiança não abrange o resultado proposto por Stoliarov et.al (2009).

O desvio do resultado do INPE/LCP com respeito a Stoliarov et.al (2009) e Doak (1986) foram de -2,3% e -10%, respectivamente.

Nesse trabalho, não foram realizadas medições com variação de espessura, para verificação da sua independência com o calor total liberado. A exceção se faz quando na definição do cadinho em que se variou a espessura de 3 amostras de *Parafina* em 10, 15 e 20 mm (a ser discutido na próxima seção).

Hugget (1980) e Bryant e Mulholland (2008) propuseram a medida da *HRR* em função da quantidade de  $O_2$  consumida, ao invés da determinação direta de  $\dot{q} = \dot{m}\Delta H_C$ , pelo fato do valor de  $\Delta H_C$  (calor de combustão inferior) não ser conhecido para muitos materiais multi-componentes e carbonizáveis.

No caso do *PEAD*, cujo calor de combustão ( $\Delta H_C$ ) é conhecido, ao se fazer o produto da taxa de consumo de massa, para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W, sem ignição externa, da Figura 6.15 e da Figura 6.16, pelo calor de combustão apresentado por Doak (1986), o resultado converge para a medida da taxa de liberação de calor conforme Figura 6.23 e a Figura 6.24, após as devidas correções de atraso da *HRR*.

Ao se considerar as incertezas da medição da *HRR*, para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W, verifica-se que ambas as curvas ficam praticamente inseridas nos intervalos onde há 95% de probabilidade de se encontrar o valor verdadeiro do mensurando.

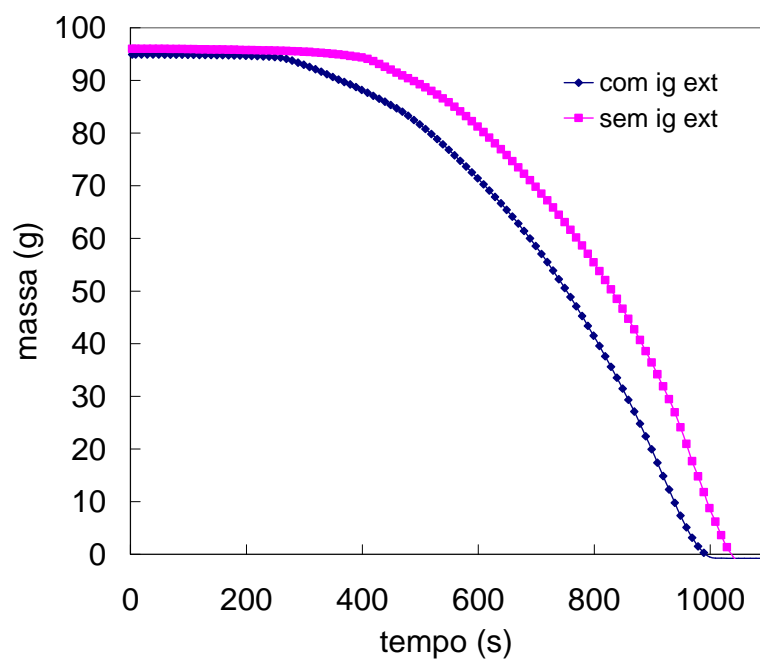


Figura 6.3 - Evolução de massa durante a combustão do *PEAD*, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

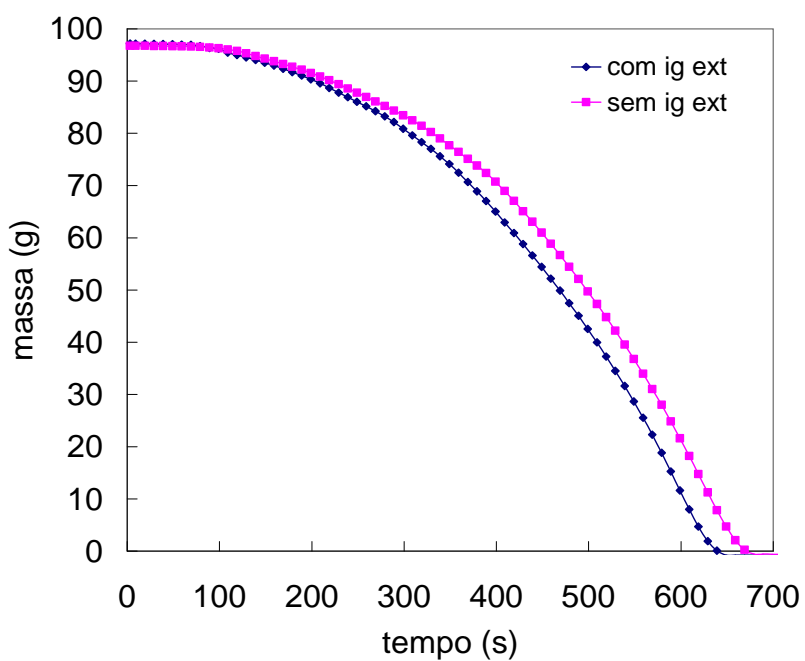


Figura 6.4 - Evolução de massa durante a combustão do *PEAD*, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

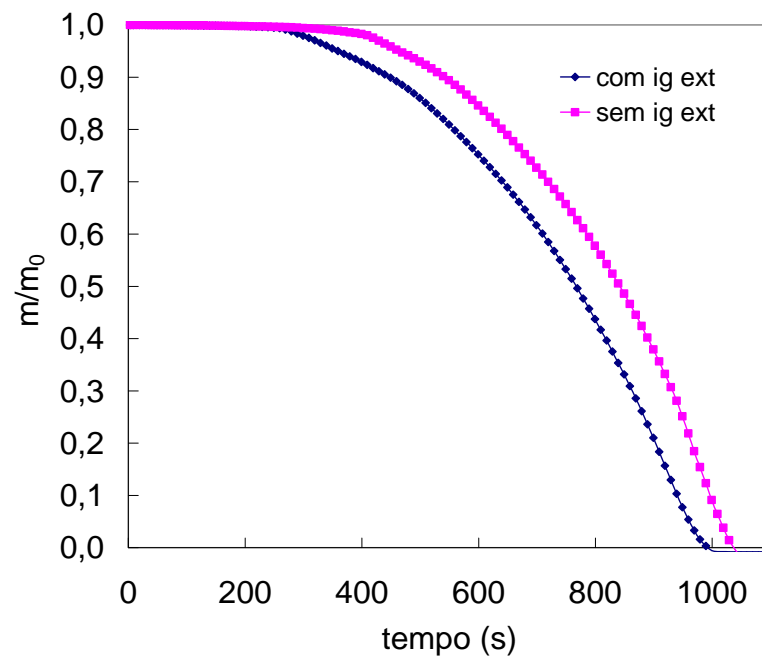


Figura 6.5 - Evolução de massa normalizada durante a combustão do *PEAD*, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

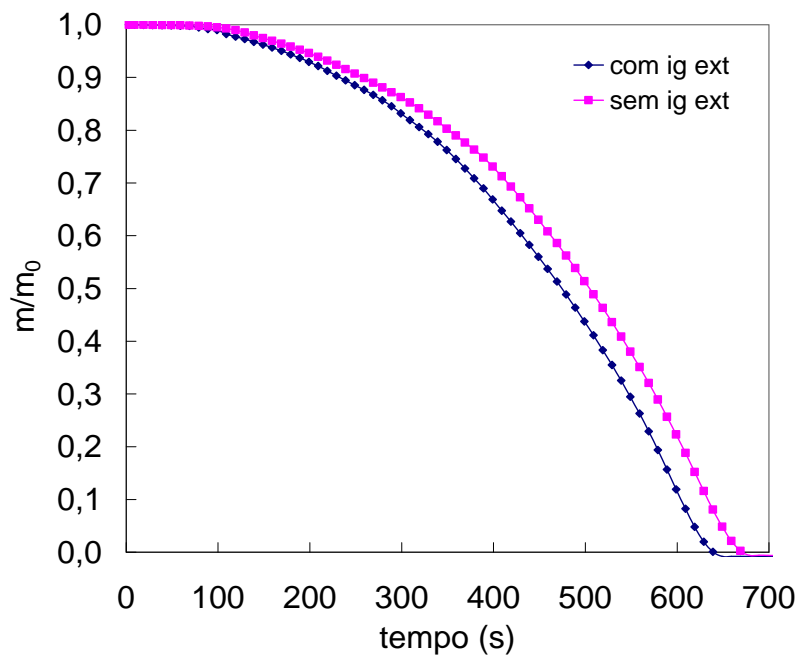


Figura 6.6 - Evolução de massa normalizada durante a combustão do *PEAD*, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa



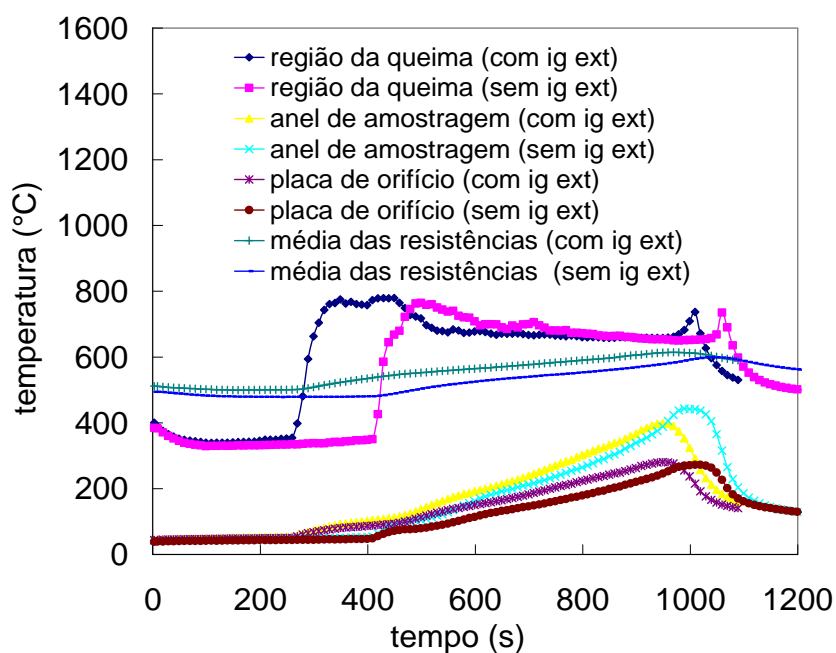


Figura 6.7 - Temperaturas durante a combustão do *PEAD*, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

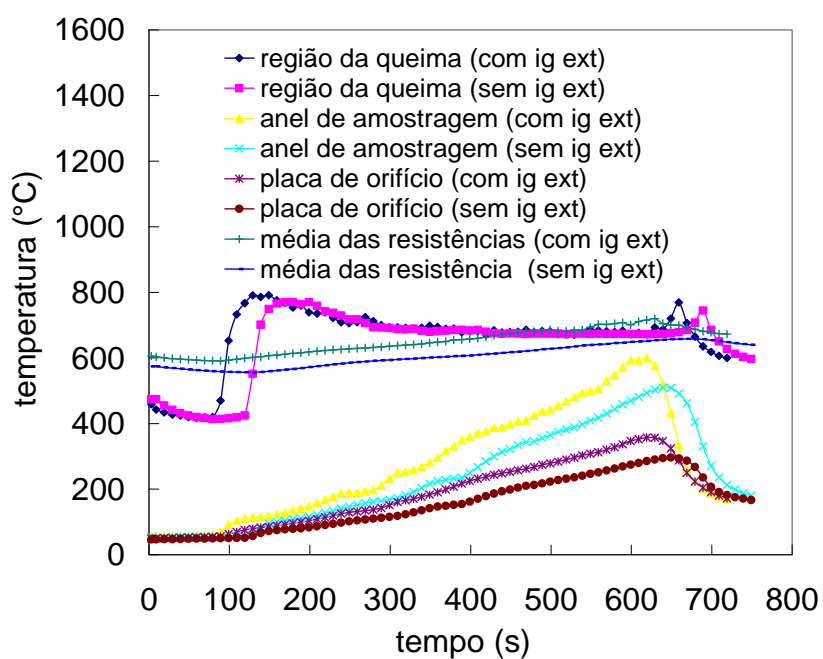


Figura 6.8 - Temperaturas durante a combustão do *PEAD*, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

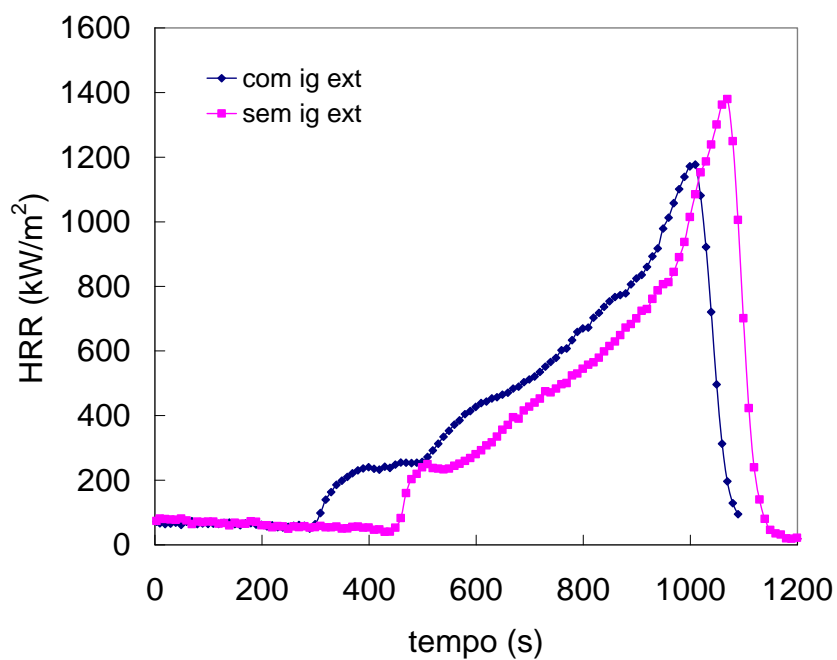


Figura 6.9 - Taxa de liberação de calor,  $HRR$ , durante a combustão do *PEAD*, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

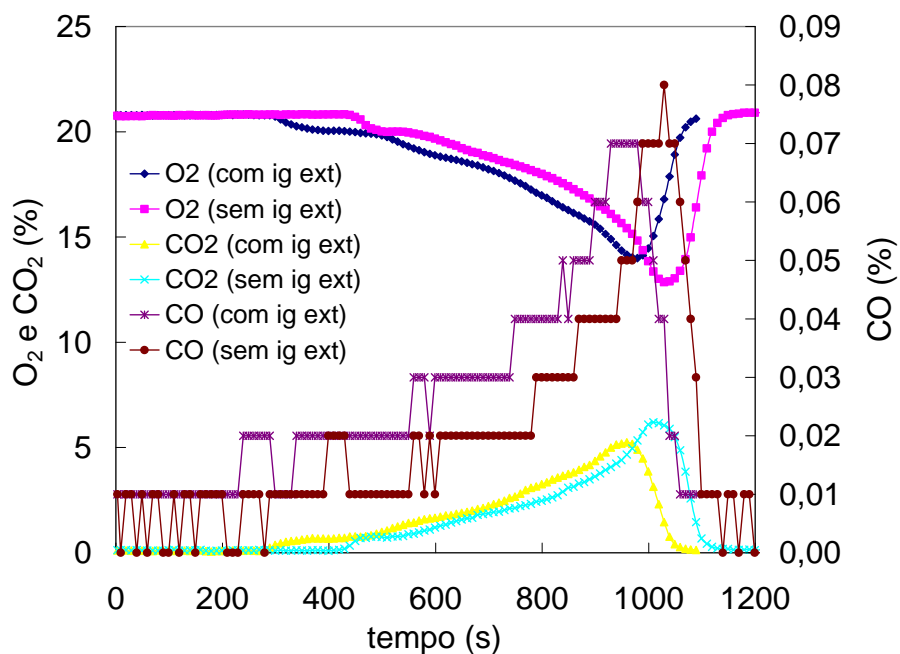


Figura 6.10 - Frações molares de  $O_2$ ,  $CO_2$  e  $CO$  durante a combustão do *PEAD*, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

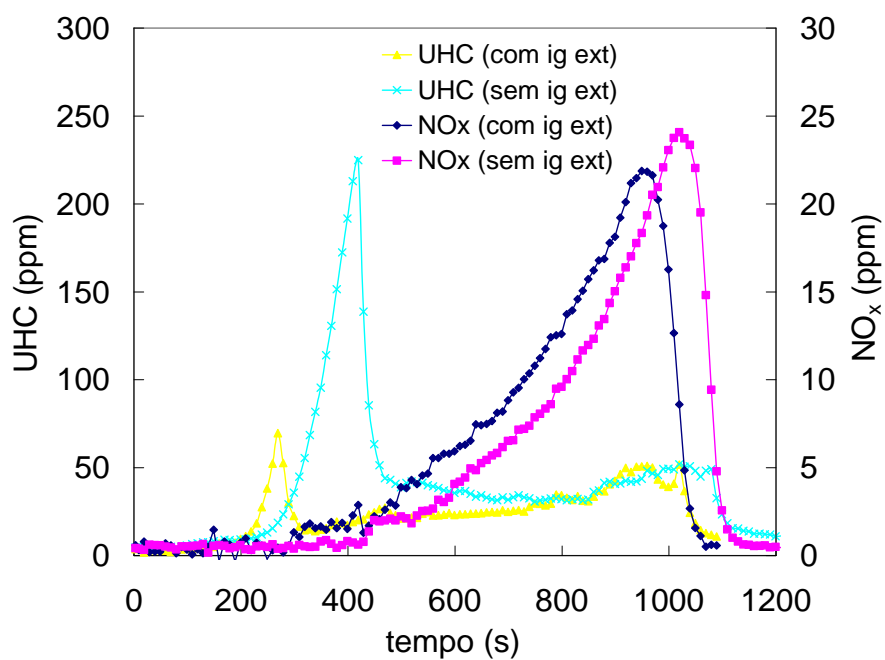


Figura 6.11 - Frações molares de  $UHC$  e  $NO_x$  durante a combustão do  $PEAD$ , com potência de aquecimento de  $1500\text{ W}$ , com e sem ignição externa.

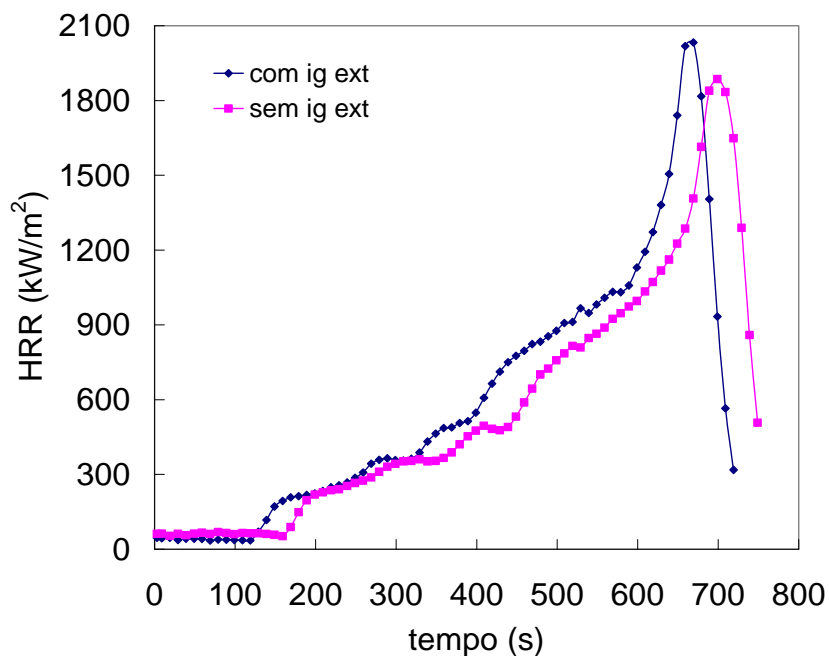


Figura 6.12 - Taxa de liberação de calor,  $HRR$ , durante a combustão do  $PEAD$ , com potência de aquecimento de  $2100\text{ W}$ , com e sem ignição externa.

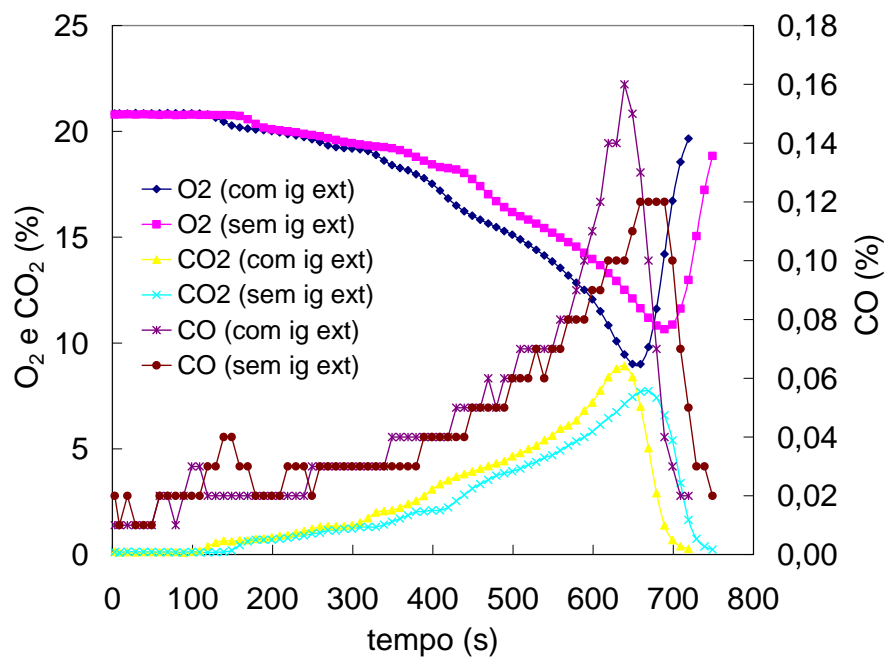


Figura 6.13 - Frações molares de  $O_2$ ,  $CO_2$  e  $CO$  durante a combustão do *PEAD*, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

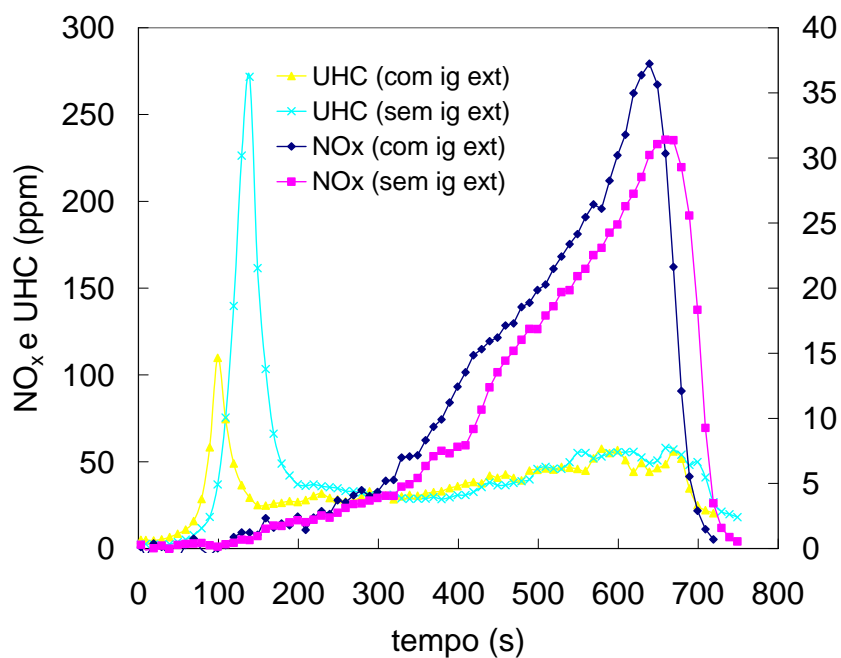


Figura 6.14 - Frações molares de  $UHC$  e  $NO_x$  durante a combustão do *PEAD*, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

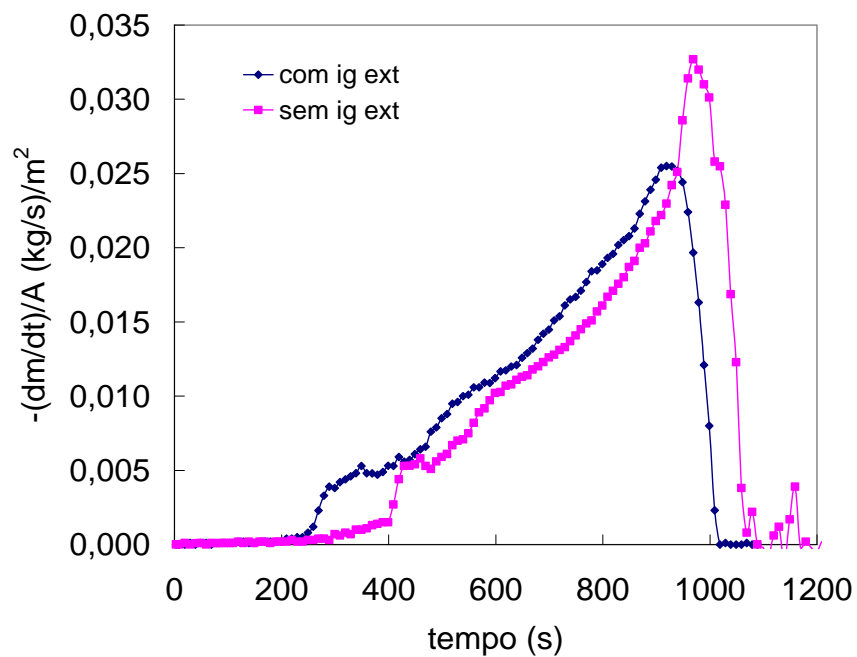


Figura 6.15 - Taxa de consumo de massa durante a combustão do *PEAD*, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

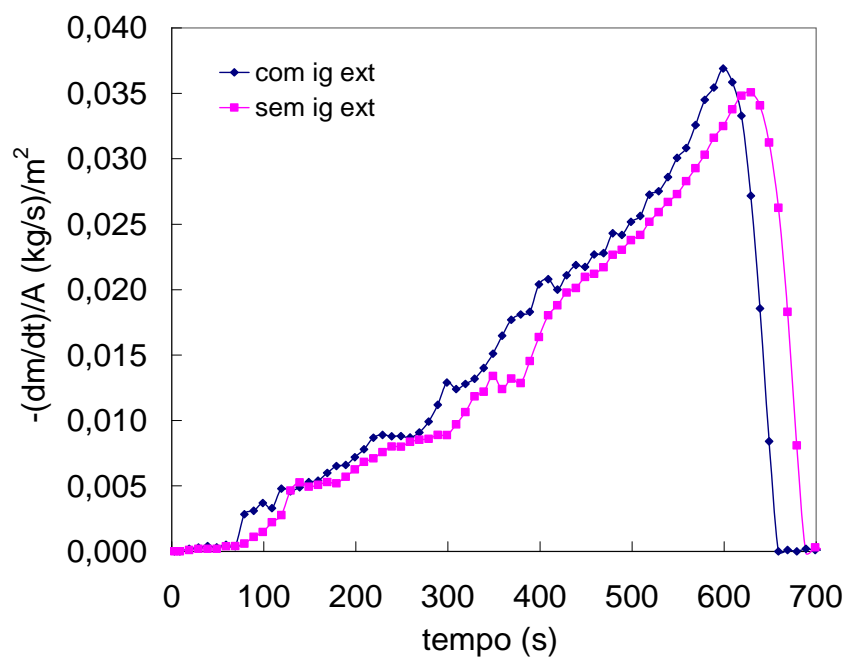


Figura 6.16 - Taxa de consumo de massa durante a combustão do *PEAD*, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

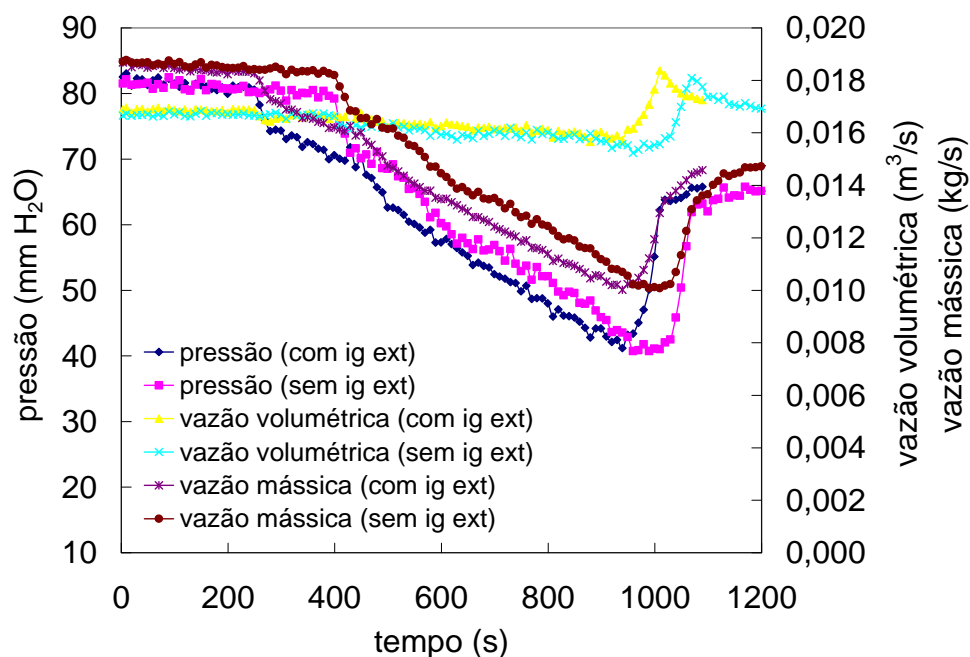


Figura 6.17 - Pressão, vazão volumétrica e vazão mássica durante a combustão do *PEAD*, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

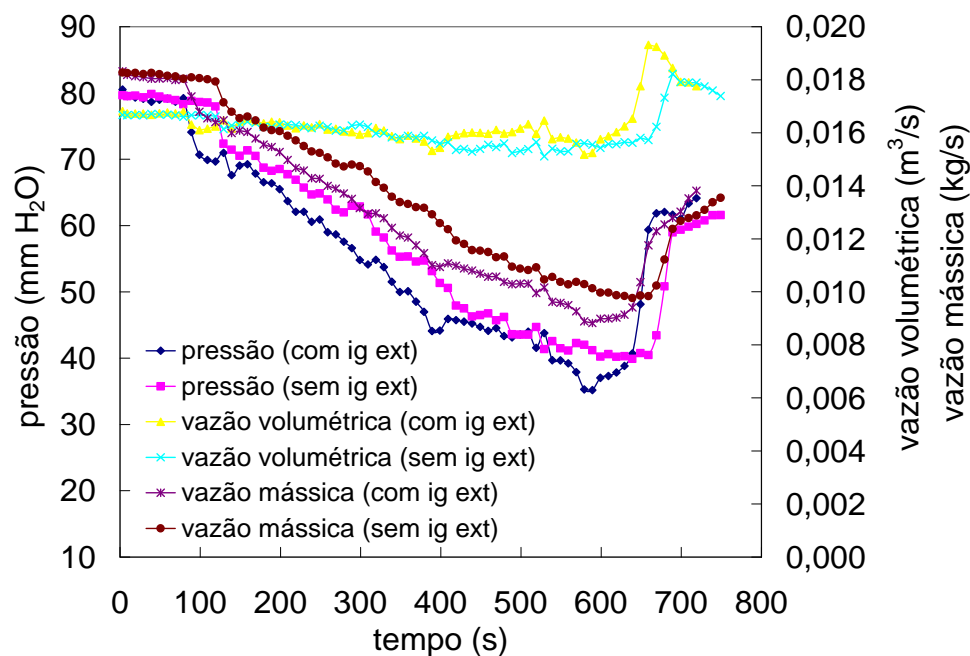


Figura 6.18 - Pressão, vazão volumétrica e vazão mássica durante a combustão do *PEAD*, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

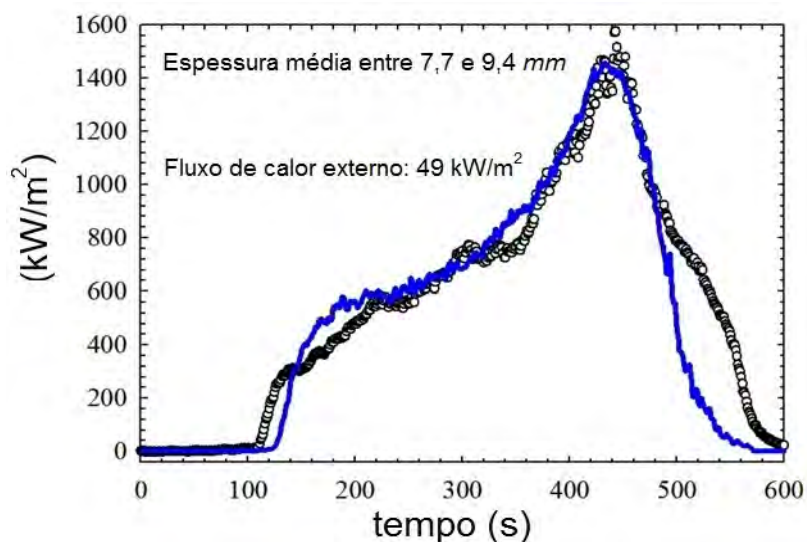


Figura 6.19 - Taxa de liberação de calor,  $HRR$ , de amostra de *PEAD* com espessura média, com fluxo de calor externo de  $49 \text{ kW/m}^2$  e sem ignição externa. Círculos: resultado experimental; linha contínua azul: simulação numérica  
Fonte: Stoliarov et al. (2009).

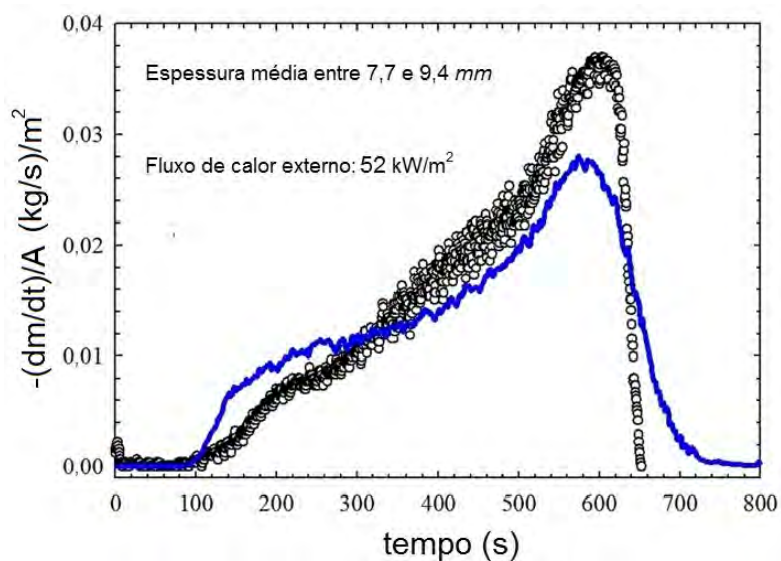


Figura 6.20 - Taxa de consumo de massa de amostra de *PEAD* com espessura média, com fluxo de calor externo de  $52 \text{ kW/m}^2$  e sem ignição externa. Círculos: resultado experimental; linha contínua azul: simulação numérica.  
Fonte: Stoliarov et al. (2009)

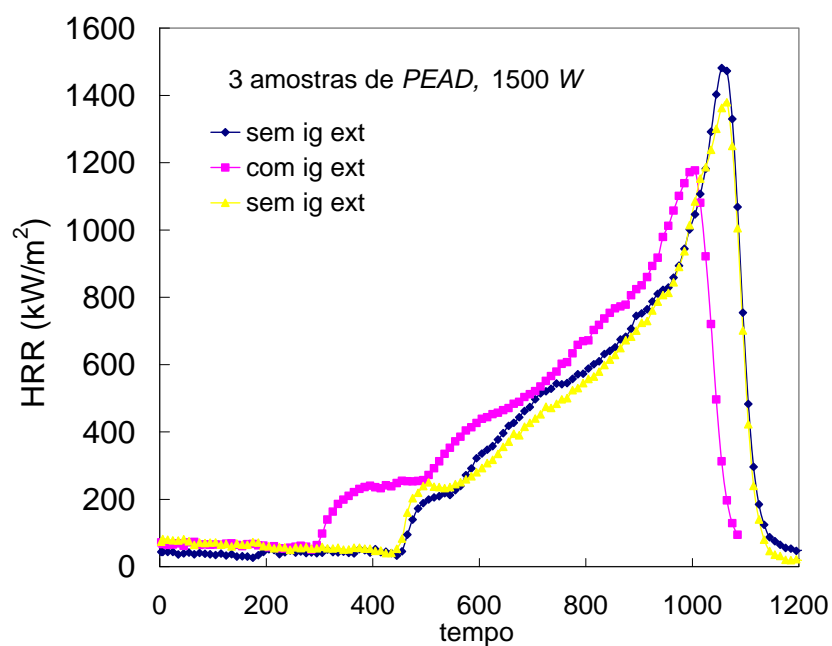


Figura 6.21 - Taxas de liberação de calor, *HRR*, de 3 amostras de *PEAD* do INPE/LCP, com potência de aquecimento de 2100 *W*, com e sem ignição externa.

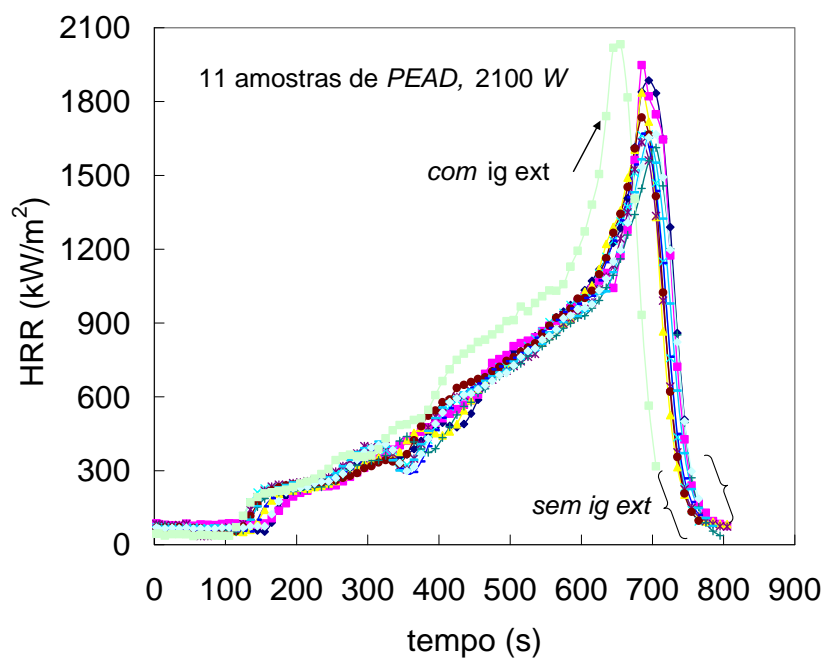


Figura 6.22 - Taxas de liberação de calor, *HRR*, de 11 amostras de *PEAD* do INPE/LCP, com potência de aquecimento de 2100 *W*, com e sem ignição externa.



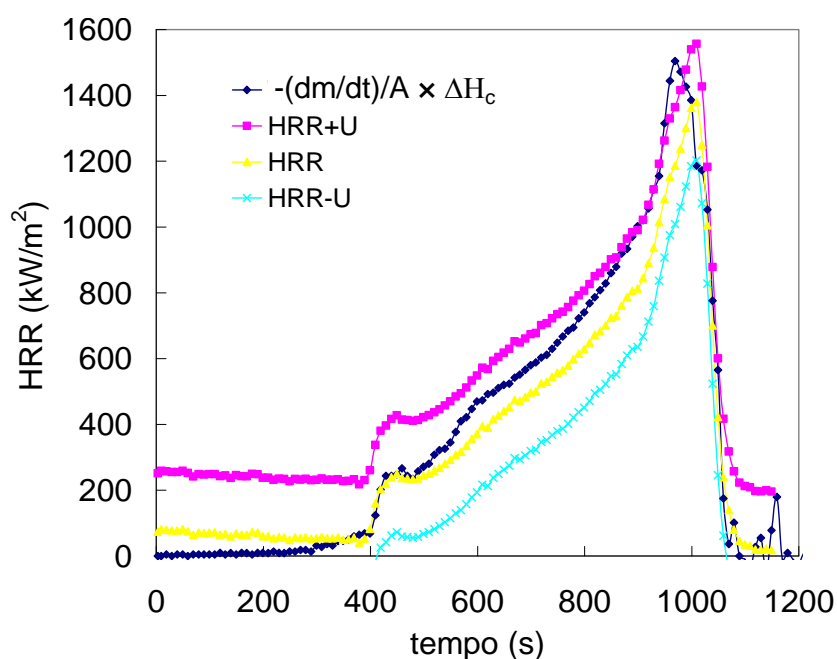


Figura 6.23 - Taxa de liberação de calor, *HRR*, e produto da taxa de consumo de massa pelo calor de combustão de amostras de *PEAD* do INPE/LCP, com potência de aquecimento de 1500 W e sem ignição externa.

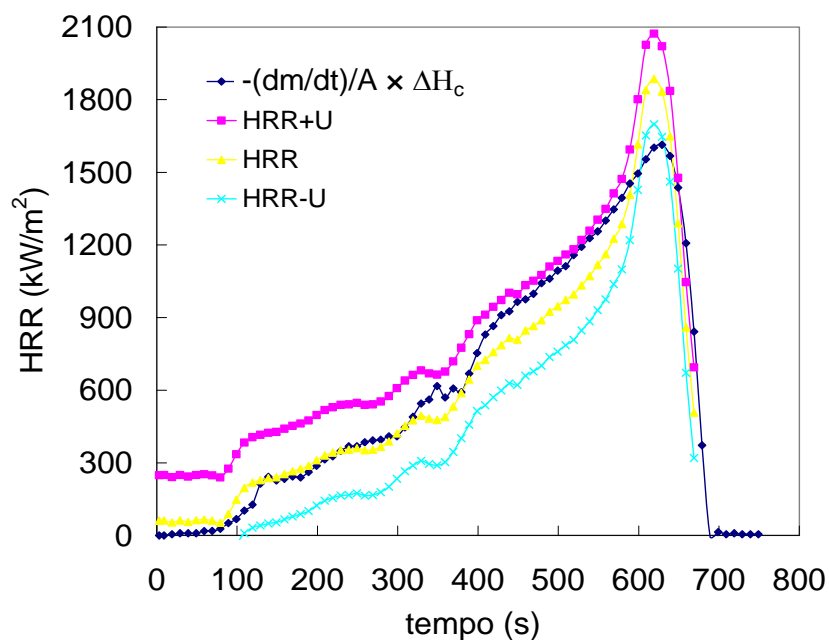


Figura 6.24 - Taxa de liberação de calor, *HRR*, e produto da taxa de consumo de massa pelo calor de combustão de amostras de *PEAD* do INPE/LCP, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa.

### **6.3 Resultados experimentais das características de inflamabilidade da *Parafina*, com potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W, com e sem ignição externa**

Da Figura 6.25 até a Figura 6.44 são apresentados os resultados dos ensaios relativos à *Parafina* sem aditivo. É notória, de uma forma geral, uma maior regularidade das curvas (menos variação ponto a ponto) com respeito ao *PEAD*.

Na Figura 6.25 são apresentadas as taxas de liberação de calor obtidas em 5 ensaios com amostras de *Parafina*, para potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa (grupo 1). Verifica-se que os resultados sem ignição externa tiveram uma boa repetitividade. Os ensaios com ignição externa, conforme esperado, ocorreram de forma antecipada, mas dentro da faixa de incerteza da medição. O calor total liberado médio das 5 medições é de  $4,26 \times 10^7 \text{ J/kg}$ .

Na Figura 6.26 e na Figura 6.27 verifica-se que média dos picos da *HRR* (com e sem ignição externa) para a potência de aquecimento de 2100 W é superior à média dos picos da *HRR* (com e sem ignição externa) para a potência de aquecimento de 1500 W em aproximadamente  $200 \text{ kW/m}^2$ .

Na Tabela 6.5 são apresentados os resultados dos picos das taxas de liberação de calor média para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W, sem ignição externa (dados sem ignição externa da Figura 6.26 e da Figura 6.27). Pode-se verificar que maiores potências de aquecimento implicam em maiores picos e maiores taxas de liberação de calor média.

Tabela 6.5 - Resultados dos picos e das taxas de liberação de calor média de amostras de *Parafina*, para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W e sem ignição externa.

Potência de aquecimento (W)	Pico da $HRR$ ( $kW/m^2$ )	$HRR_{média}$ ( $kW/m^2$ )
1500	1715	683
2100	2007	803

Na Tabela 6.6 são apresentados os valores de calor total liberado, por unidade de massa, dos processos com e sem ignição externa, para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W (dados da Figura 6.26 e da Figura 6.27), e se verifica uma variação percentual da média de -2,4% e 0,7% do calor total liberado em relação à potência de aquecimento de 1500 W.

Tabela 6.6 - Calor total liberado durante a queima de *Parafina*, para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W, com e sem ignição externa.

Centelhador	Calor total liberado ( $MJ/kg$ )		Média ( $MJ/kg$ )	Desvio em relação a 1500 W (%)
	Potência de aquecimento de 1500 W	Potência de aquecimento de 2100 W		
com ig. ext.	44,610	43,542	44,076	-2,4
sem ig. ext.	42,478	42,766	42,622	0,7

Ainda da Tabela 6.6 pode-se verificar que o calor total liberado médio para potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa é de  $4,35 \times 10^7 J/kg$  (grupo 2).

Dos dois grupos de resultados anteriores, verifica-se que os desvios dos calores totais liberados médios, entre os 2 ensaios com potência de aquecimento de 1500 W (com e sem ignição externa) e os 5 ensaios com potência de aquecimento de 2100 W é de -2,2%, mostrando a independência

na medida do calor total liberado em relação a potência de aquecimento utilizada.

Pode-se afirmar que o valor médio de todas as 7 medições do calor total liberado é de  $(42,8 \pm 0,9) \text{ MJ/kg}$ . O erro foi calculado tomando como referência a repetitividade de 7 medições multiplicado pelo coeficiente de  $t$  de student para 2 desvios padrão.

Segundo Perry (1963) o calor de combustão ( $\Delta H_c$ ) da *Parafina* é igual a  $43,8 \text{ MJ/kg}$ , que não se encontra no intervalo de confiança determinado para a mesma. O desvio do resultado da *Parafina* com respeito a Perry (1963) é de -2,3%, o que representa um melhor resultado quando comparado com o *PEAD*, que apresentou um desvio de -10% com respeito ao calor de combustão apresentado por Doak (1986).

Na Figura 6.28 é apresentado o resultado da *HRR* como produto da taxa de consumo de massa multiplicado pelo calor de combustão da parafina,  $\Delta H_c$ , proposto por Perry (1963). O referido resultado é parte da análise feita quando da definição da geometria do cadinho discutido na seção 3.5. Foram ensaiadas 3 amostras de *Parafina* com espessuras de 10, 15 e 20 mm e potência de aquecimento de 2100 W.

Verifica-se que os picos se mantêm praticamente constantes e que os calores totais liberados para as referidas espessuras são, respectivamente:  $44,0 \text{ MJ/kg}$ ,  $44,4 \text{ MJ/kg}$  e  $43,4 \text{ MJ/kg}$ . O desvio entre os resultados limites de  $44,4 \text{ MJ/kg}$  e  $43,4 \text{ MJ/kg}$  é de -2,3%, onde se verifica a independência do calor total liberado em relação á espessura da amostra.

Maiores potências de aquecimento implicam em maiores picos e gradientes iniciais da taxas de liberação de calor. Na Tabela 6.5 verifica-se que tanto o

pico quanto o valor médio da taxa de liberação de calor aumentam com o aumento da potência de aquecimento para um mesmo material e espessura.

Do produto da taxa de consumo de massa, Figura 6.29 e Figura 6.30, pelo calor de combustão ( $\Delta H_c$ ) da *Parafina*, apresentado por Perry (1963), para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W, sem ignição externa, verifica-se a convergência do resultado para a medida da taxa de liberação de calor, conforme Figura 6.31 e Figura 6.32, após as devidas correções de atraso da *HRR*.

Ao se considerar a incerteza da medição nas referidas figuras pode-se verificar que ambas as curvas ficam praticamente inseridas nos intervalos onde há 95% de probabilidade de se encontrar o valor verdadeiro do mensurando.

O tempo de queima, conforme a Figura 6.33 (potência de aquecimento de 1500 W) e a Figura 6.34 (potência de aquecimento de 2100 W), se diferenciam em aproximadamente 4 min. Portanto, dois minutos a menos comparado ao *PEAD*. Estima-se que a cadeia polimérica da parafina seja menor que o *PEAD* em torno de 700 vezes. As forças de Van der Waals, neste caso, são muito menores, o que facilita a sua fusão e pirólise durante o processo de queima.

Verifica-se que a diferença dos tempos entre a ignição (com centelhador) e auto-ignição (sem centelhador), para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W são bem distintos, 60 s e 10 s, respectivamente, ou seja, maior para potência de aquecimento de 1500 W por esse proporcionar uma pirólise mais lenta da amostra.

O ignitor possui o efeito de antecipar a ignição, pois além de ser retirada da região da amostra após a ignição, sua potência é de aproximadamente 71 e 100 vezes menor que as potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W, respectivamente.

Na Figura 6.29 e na Figura 6.30 o gradiente inicial e o pico da taxa de consumo de massa para potência de aquecimento de 2100 W é superior a potência de aquecimento de 1500 W. Isso mostra que a parafina apresenta melhoria na taxa de queima com aumento da potência incidente sobre a amostra. Além disso, é notório o seu aumento com respeito ao *PEAD*.

As diferenças entre os picos da *HRR* para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W, com e sem ignição externa são, respectivamente, +375 kW/m<sup>2</sup> (pico da queima com ignição externa acima do pico sem ignição externa) e +181 kW/m<sup>2</sup> (pico da queima com ignição externa acima do pico sem ignição externa). As incertezas expandidas dos picos da *HRR* apresentadas na Tabela 4.3 são: 338 kW/m<sup>2</sup> e 291 kW/m<sup>2</sup>, com e sem ignição externa, respectivamente, para a potência de aquecimento de 1500 W e 342 kW/m<sup>2</sup> e 316 kW/m<sup>2</sup>, com e sem ignição externa, respectivamente, para a potência de aquecimento de 2100 W. Para o caso da potência de aquecimento de 2100 W, em que as incertezas expandidas dos picos da *HRR*, com e sem ignição externa, são maiores que a diferença entre os referidos picos (intervalo de 181 kW/m<sup>2</sup>) há 95% de probabilidade de se encontrar valor verdadeiro do pico da *HRR* em ambos os intervalos de incertezas expandidas.

Contrariamente, para potência de aquecimento de 1500 W, em que as incertezas expandidas dos picos da *HRR*, com e sem ignição externa, são inferiores a diferença entre os referidos picos (intervalo de 375 kW/m<sup>2</sup>) não se pode fazer a mesma afirmação.

A *Parafina* assim com a *Parafina* com aditivos, de forma genérica, apresenta perfis gráficos similares ao *PEAD*. A grande diferença entre todos os compostos se deve aos pontos de máximos, mínimos e gradientes iniciais das *HRR* e das taxas de consumo de massa, mostrando assim a grande importância dos experimentos realizados.

Mais interessante do que analisar separadamente cada material é se fazer uma análise comparativa das principais características de inflamabilidade e avaliar os aspectos positivos e negativos de cada material, como será visto na próxima seção.

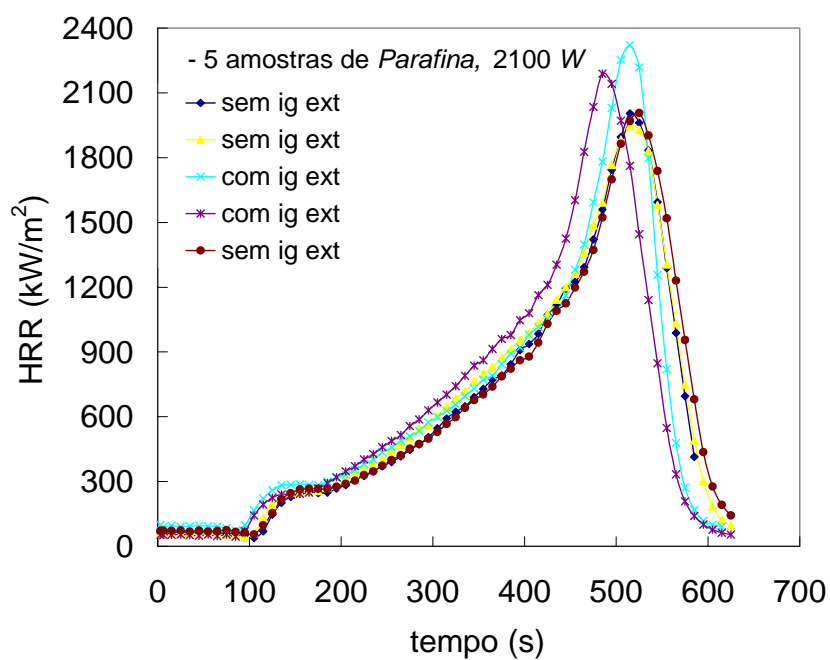


Figura 6.25 - Taxas de liberação de calor,  $HRR$ , de 5 amostras de *Parafina*, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

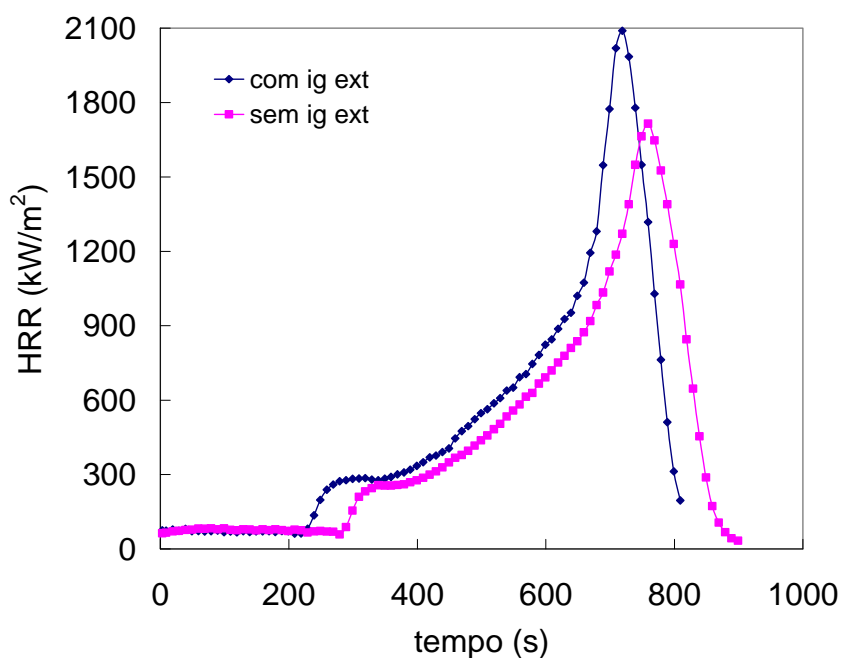


Figura 6.26 - Taxa de liberação de calor,  $HRR$ , durante a combustão da *Parafina*, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.



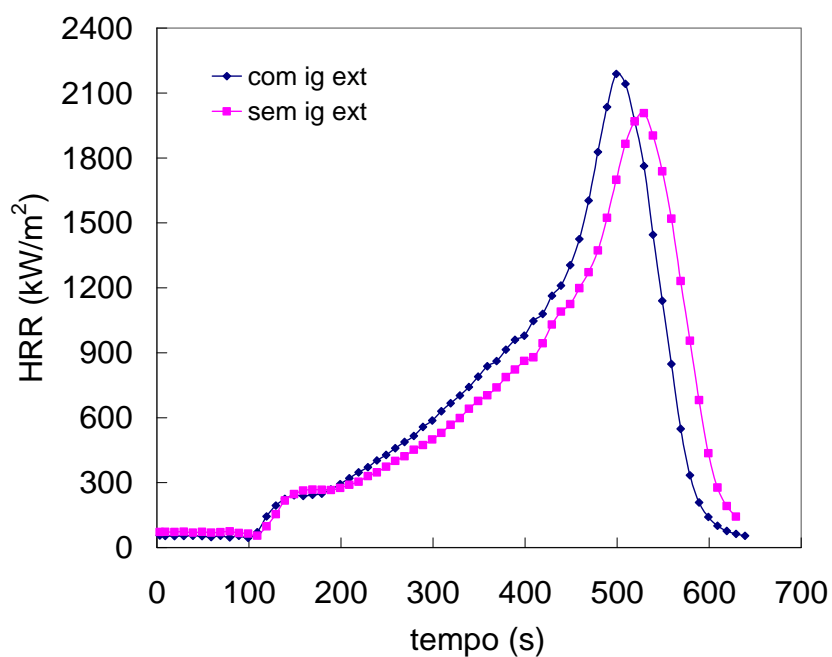


Figura 6.27 - Taxa de liberação de calor,  $HRR$ , durante a combustão da *Parafina*, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

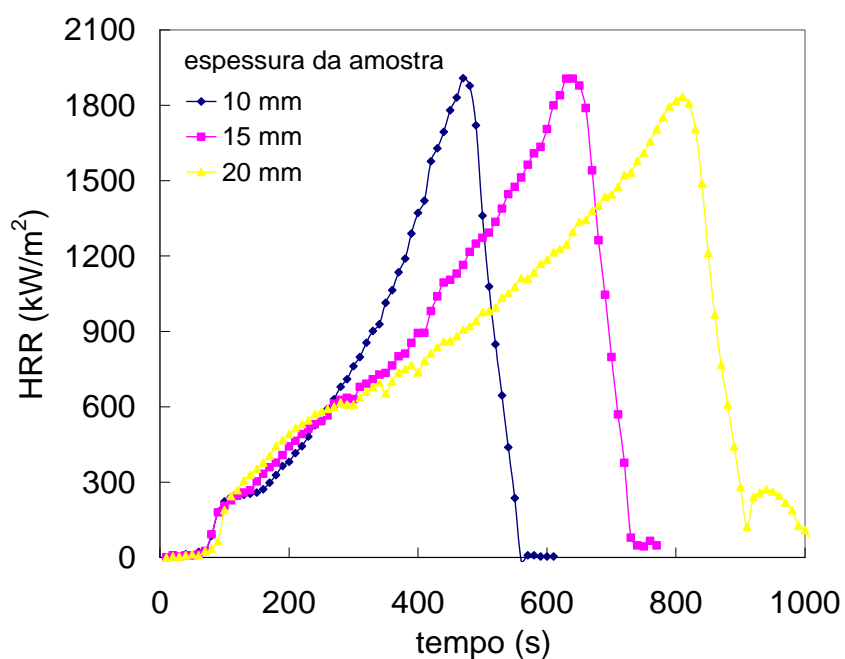


Figura 6.28 - Taxas de liberação de calor,  $HRR$ , de 3 amostras de *Parafina*, com base no produto da taxa de consumo de massa pelo calor de combustão,  $\Delta H_c$ , com potência de aquecimento de 2100 W, sem ignição externa.

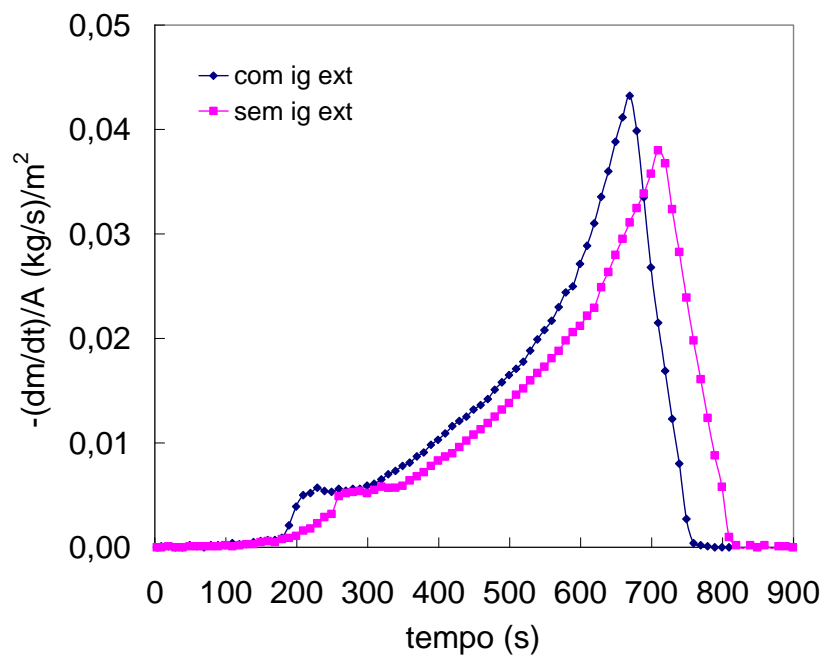


Figura 6.29 - Taxa de consumo de massa durante a combustão da *Parafina*, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

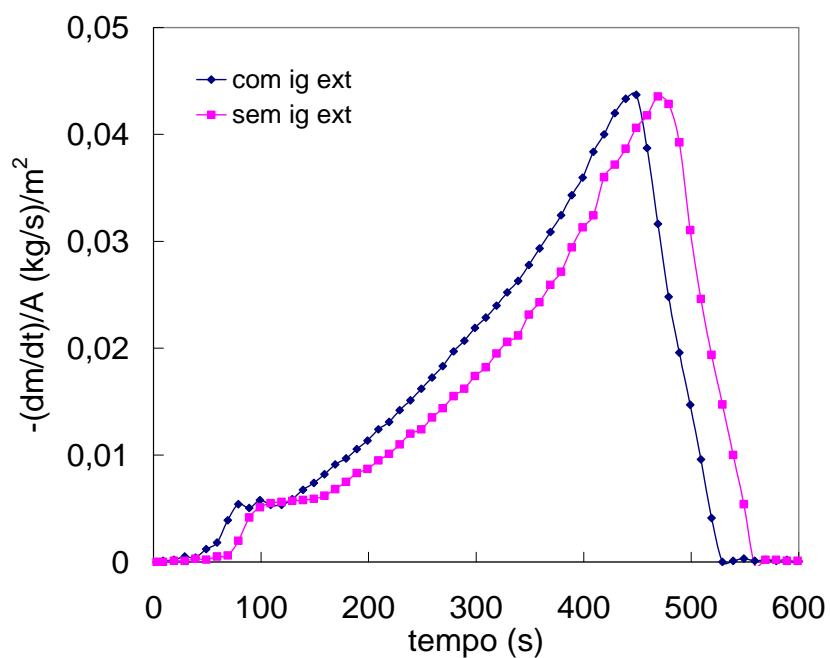


Figura 6.30 - Taxa de consumo de massa durante a combustão da *Parafina*, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

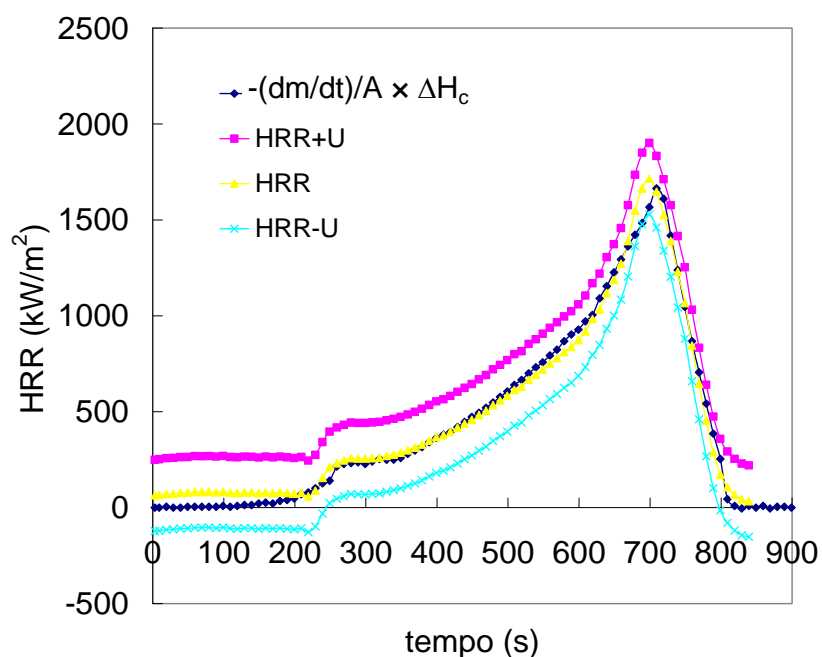


Figura 6.31 - Taxas de liberação de calor,  $HRR$ , e produto da taxa de consumo de massa pelo calor de combustão de amostras de *Parafina*, com potência de aquecimento de 1500 W e sem ignição externa.

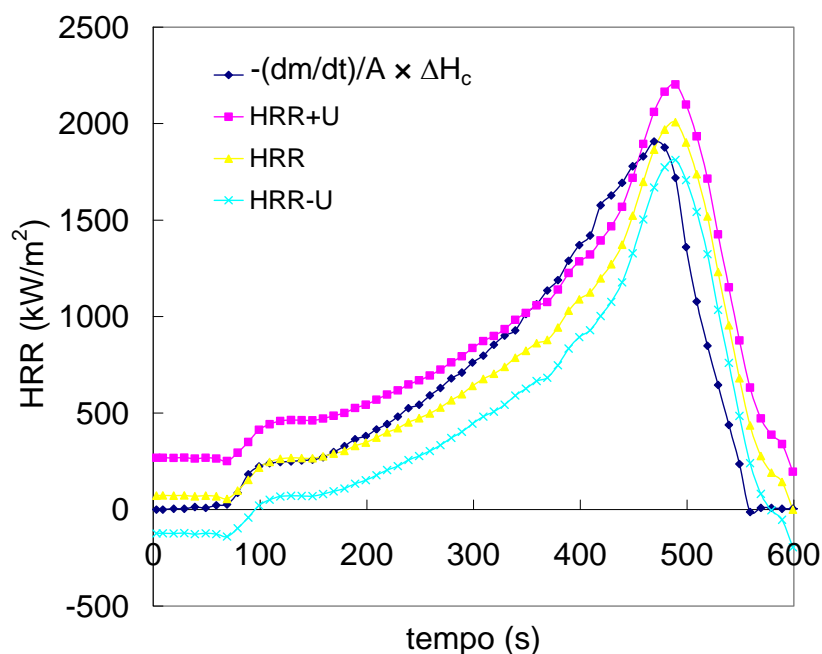


Figura 6.32 - Taxas de liberação de calor,  $HRR$ , e produto da taxa de consumo de massa pelo calor de combustão de amostras de *Parafina*, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa.

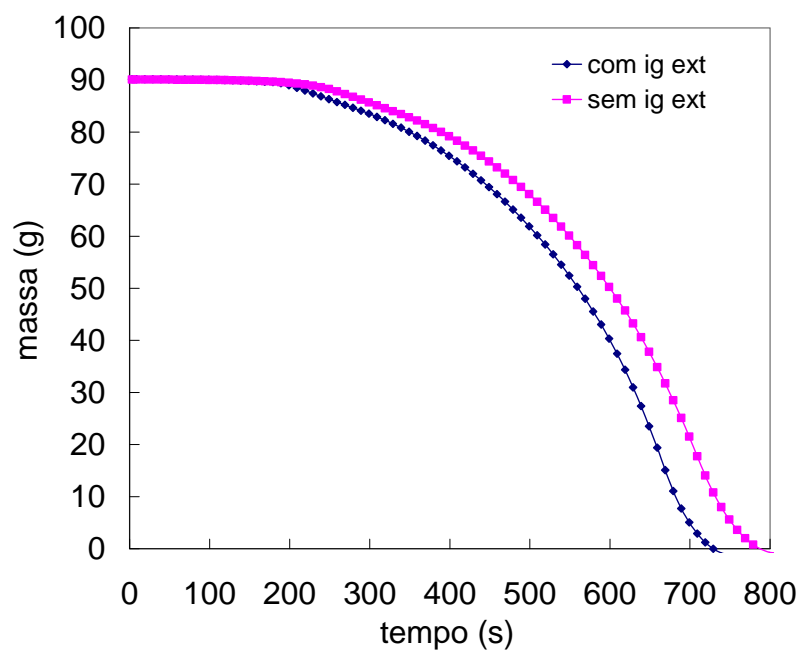


Figura 6.33 - Evolução de massa durante a combustão da *Parafina*, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

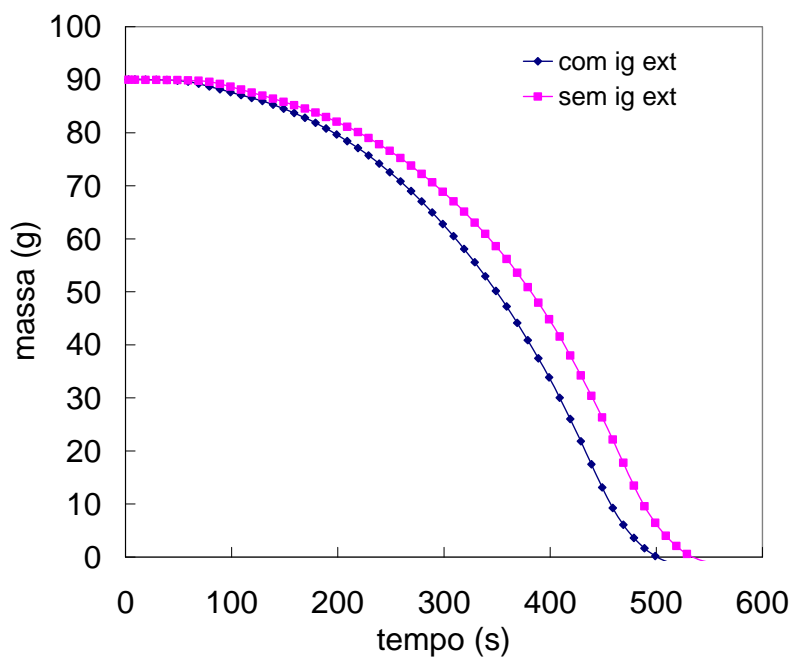


Figura 6.34 - Evolução de massa durante a combustão da *Parafina*, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

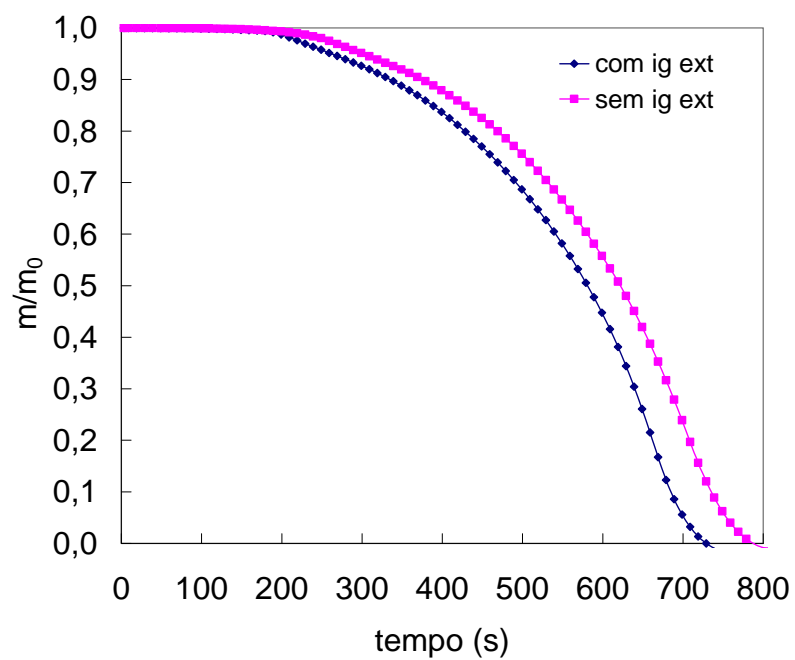


Figura 6.35 - Evolução de massa normalizada durante a combustão da *Parafina*, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

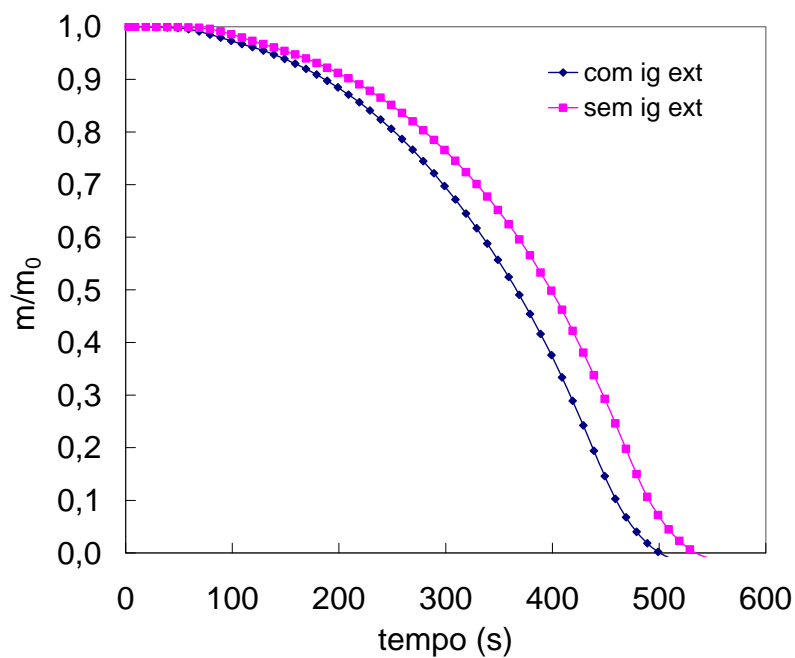


Figura 6.36 - Evolução de massa normalizada durante a combustão da *Parafina*, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

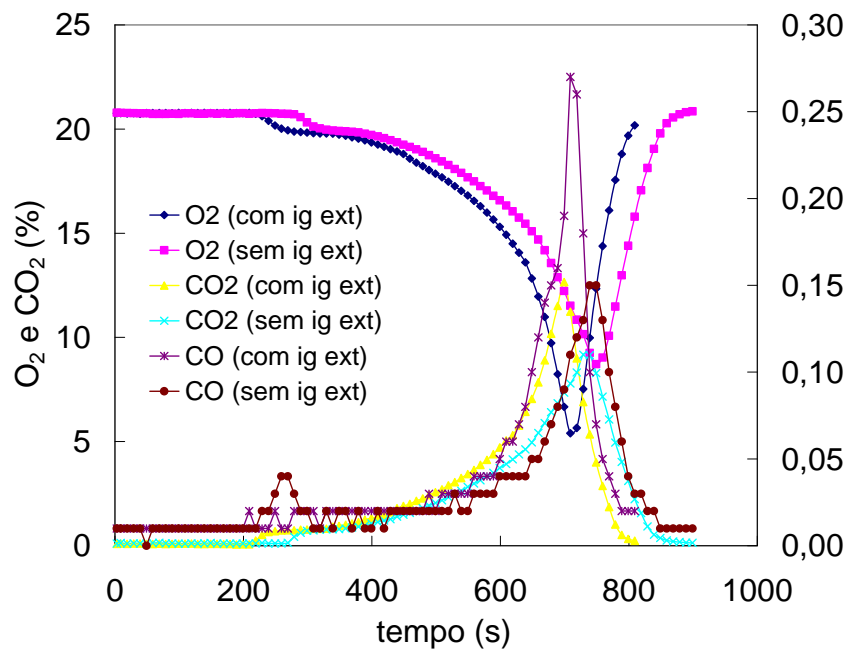


Figura 6.37 - Frações molares de  $O_2$ ,  $CO_2$  e  $CO$  durante a combustão da *Parafina*, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

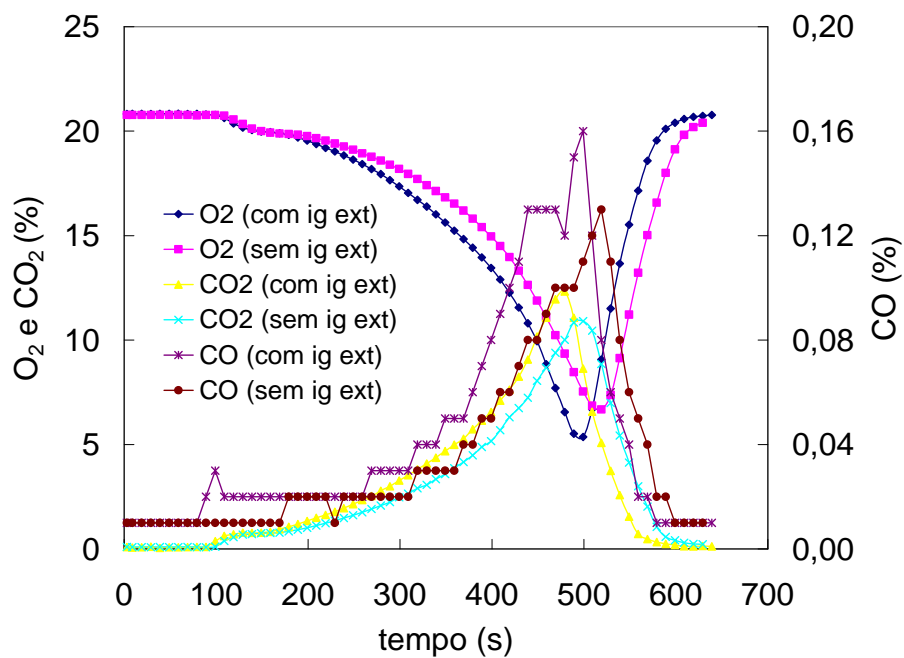


Figura 6.38 - Frações molares de  $O_2$ ,  $CO_2$  e  $CO$  durante a combustão da *Parafina*, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

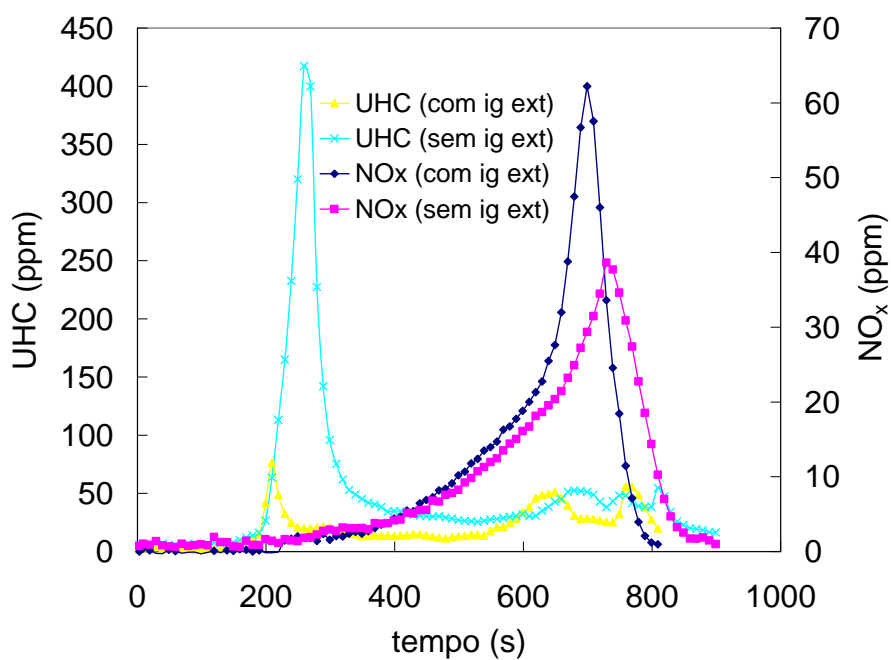


Figura 6.39 - Frações molares de  $UHC$  e  $NO_x$  durante a combustão da *Parafina*, com potência de aquecimento de 1500  $W$ , com e sem ignição externa.

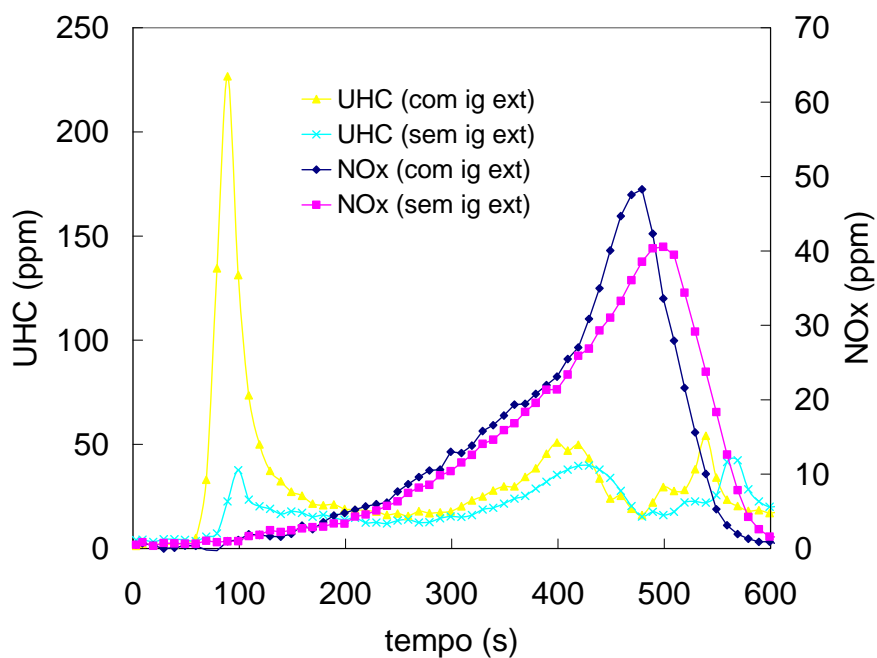


Figura 6.40 - Frações molares de  $UHC$  e  $NO_x$  durante a combustão da *Parafina*, com potência de aquecimento de 2100  $W$ , com e sem ignição externa.

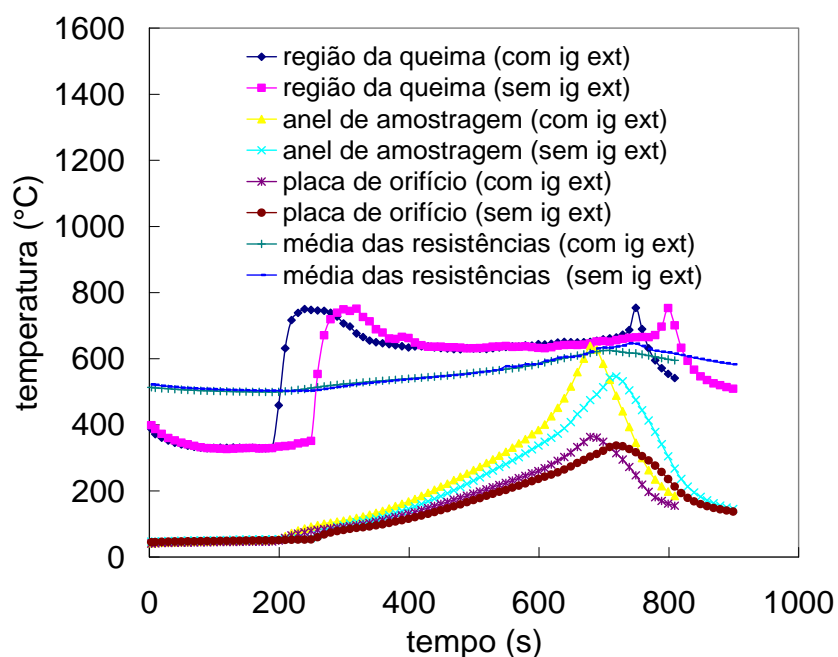


Figura 6.41 - Temperaturas durante a combustão da *Parafina*, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

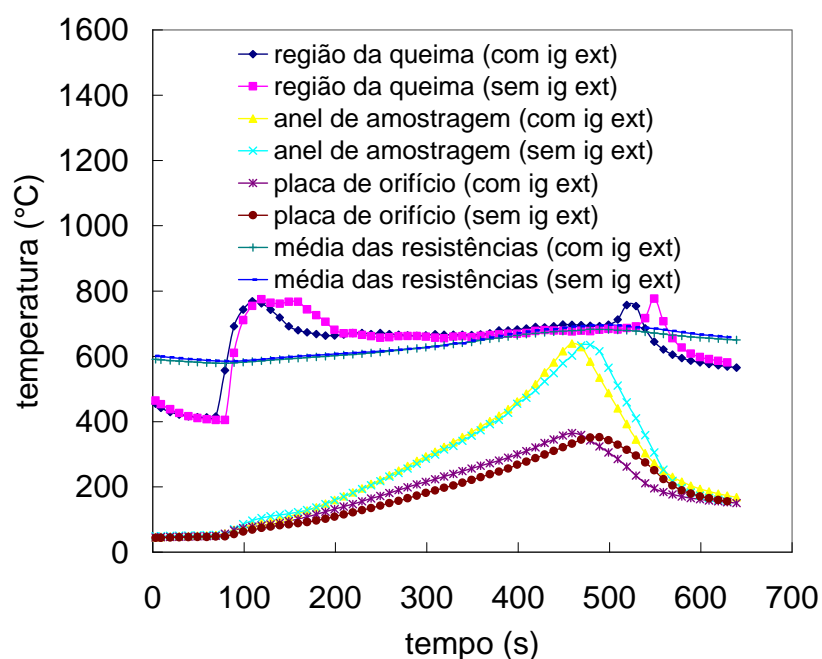


Figura 6.42 - Temperaturas durante a combustão da *Parafina*, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.



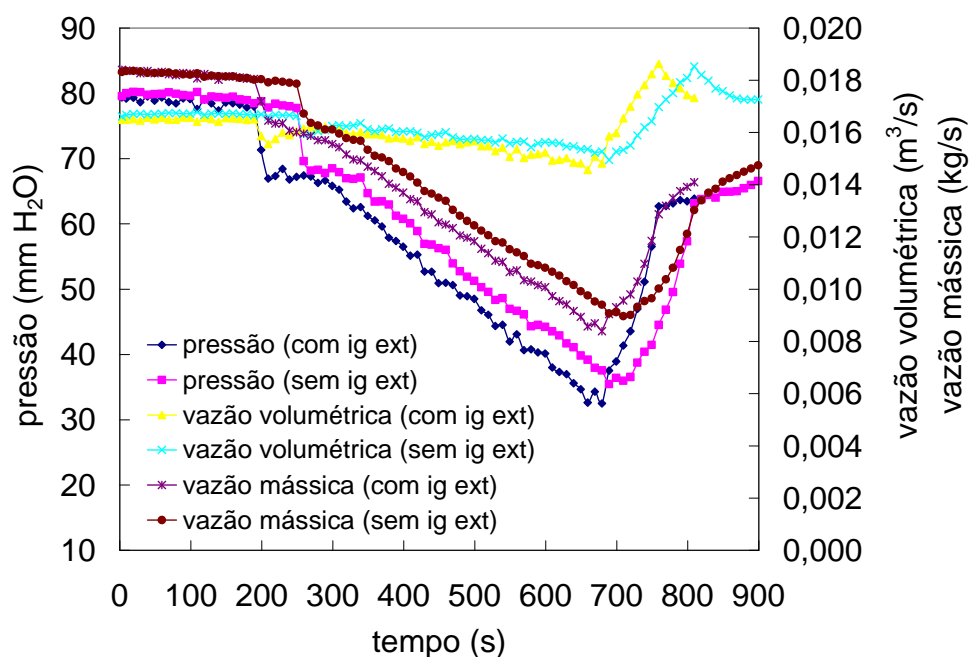


Figura 6.43 - Pressão, vazão volumétrica e vazão mássica durante a combustão da *Parafina*, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

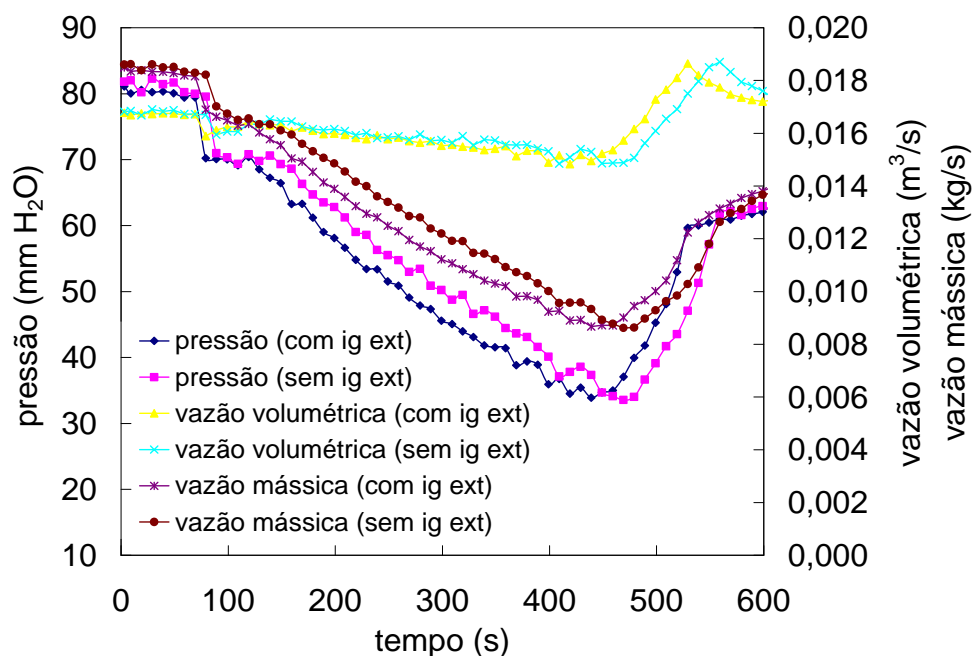


Figura 6.44 - Pressão, vazão volumétrica e vazão mássica durante a combustão da *Parafina*, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

## 6.4 Análise comparativa entre os compostos da *Parafina* e o *PEAD*, com potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W e sem ignição externa

### 6.4.1 Considerações preliminares

Da Figura 6.45 até a Figura 6.60, são comparadas as características de inflamabilidade, para potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa, dos seguintes materiais:

- a) *Parafina*
- b) *Parafina/CP*
- c) *Parafina/CP/NF*
- d) *Parafina/CP/NFC*
- e) *PEAD*

Os dados para o *PEAD* e a *Parafina* foram retirados das duas seções anteriores, da Figura 6.3 até a Figura 6.18 (*PEAD*) e da Figura 6.25 até a Figura 6.44 (*Parafina*). Dados da *Parafina/CP*, *Parafina/CP/NF* e *Parafina/CP/NFC* foram extraídos das Figuras G.1 a G.48, do Apêndice G.

Na Tabela 6.7 são apresentados os valores máximos e mínimos, os tempos característicos e, entre parênteses, suas classificações em ordem decrescente para os valores de máximos (picos) e crescente para os valores de mínimos das principais grandezas analisadas, para potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa

A Tabela 6.8 mostra as variações percentuais dos picos das taxas de liberação de calor e dos picos das taxas de consumo de massa dos compostos da *Parafina* com relação ao *PEAD*, para potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa.

Da Tabela 6.9 até a Tabela 6.13, são apresentados os resultados dos valores de máximos e mínimos e os tempos característicos das principais grandezas analisadas dos compostos de *Parafina* e *PEAD*, para potências de aquecimento de 1500 *W* e 2100 *W* e sem ignição externa.

Na Tabela 6.14 e na Tabela 6.15 são apresentados, respectivamente, os resultados comparativos das taxas de liberação de calor média e dos calores totais liberados, para potências de aquecimento de 1500 *W* e 2100 *W* e sem ignição externa.

Da Tabela 6.16 até a Tabela 6.20 são apresentados os resultados comparativos das frações molares totais do  $O_2$ ,  $CO_2$ ,  $CO$ ,  $NO_x$  e  $UHC$ , para potências de aquecimento de 1500 *W* e 2100 *W* e sem ignição externa.

#### **6.4.2 Análise geral dos resultados**

A Figura 6.45 mostra os resultados da *HRR* considerando as medidas de  $CO_2$  e  $CO$  para os materiais analisados. Conforme mencionado pela norma ASTM E 1354-03 (2003), a *HRR* pode ser estimada considerando-se apenas os dados de  $CO_2$  na Equação 2.77, que é utilizada na determinação da taxa de liberação de calor de materiais e produto. A referida consideração se deve ao fato do  $CO$  aparecer em quantidade muito pequena comparada ao  $CO_2$ .

Na Tabela 6.7 verifica-se o aumento nos picos da *HRR* quando são desconsideradas as medições do  $CO$ , do  $CO_2$  e do  $CO$  mais  $CO_2$ . A ausência da medição de  $CO$  e/ou  $CO_2$  aumenta o valor calculado da taxa de liberação de calor, pois a depleção,  $\phi$ , segundo a Equação 2.87, aumenta com a diminuição de ambos os gases. O aumento de  $\phi$  implica em um maior consumo de  $O_2$ .

Verifica-se que as variações médias da determinação da *HRR*, quando  $CO$  não é considerado, em relação à Figura 6.45, são de 0,58%, 0,56%, 1,51%, 1,09%

e 1,35% para *Parafina*, *Parafina/CP*, *Parafina/CP/NF*, *Parafina/CP/NFC* e *PEAD*, respectivamente.

As variações médias da *HRR*, quando o  $\text{CO}_2$  não é considerado, com respeito à Figura 6.45, são de 13,15%, 9,23%, 25,32%, 15,98% e 15,37% para a mesma sequência de materiais.

Por fim, quando as frações molares de  $\text{CO}_2$  e  $\text{CO}$  na determinação de *HRR* não são consideradas as suas variações médias são de 13,71%, 9,78%, 26,81%, 17,06% e 16,70% também para a mesma sequência de materiais.

De fato, dos percentuais apresentados pode-se verificar que a variação da *HRR* devido à variação da fração molar do  $\text{CO}$  é, em princípio, desprezível com respeito à variação da fração molar do  $\text{CO}_2$ .

Durante a maior parte do processo de queima, a *Parafina/CP/NFC* e *Parafina/CP/NF* apresentaram as maiores taxas iniciais para todas as grandezas medidas (*HRR*, taxas de consumo de massa, evolução de massa, emissões, temperaturas, pressão e vazões), seguidas da *Parafina/CP*, *Parafina* e *PEAD*, respectivamente. No entanto, conforme descrito na Tabela 6.8, a *Parafina/CP* apresenta as maiores variações percentuais do pico da taxa de liberação de calor e de pico da taxa de consumo de massa em relação ao *PEAD*, apesar do calor de combustão da *Parafina*, indicado por Perry (1963), ser menor que o *PEAD*, dado por Doak (1986). O desejável é que as características apresentadas para a *Parafina/CP/NFC* e *Parafina/CP/NF* (maiores taxas iniciais) e *Parafina/CP* (maiores variações percentuais do pico da taxa de liberação de calor e de pico da taxa de consumo de massa em relação ao *PEAD*) estivessem atribuídas a um mesmo material pois o tornariam mais atrativo para fins propulsivos.

Maiores potências implicam em maiores variações da *HRR*, da taxa de consumo de massa,  $O_2$ ,  $CO_2$ ,  $CO$ , pressão, vazão e temperatura, conforme se pode verificar nas Tabela 6.9 a Tabela 6.13, para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W. As informações contidas nas referidas tabelas são importantes para a seleção e comparação de propelentes híbridos, análise da ignição e de seus processos de queima.

Na Tabela 6.14 são apresentados os resultados das taxas de calor liberado médias, para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W. Verifica-se que o *PEAD* apresenta a menor taxa de liberação de calor média para ambas as potências de aquecimento. A *Parafina/NF* apresentou o maior valor para potência de aquecimento de 2100 W e a *Parafina* apresentou um resultado intermediário.

É verificado na Figura 6.45 que a taxa de liberação de calor de amostras de *Parafina/CP/NFC* e *Parafina/CP/NF* são semelhantes. Assim, é esperado que as curvas de emissões de  $CO_2$  e  $CO$  também sejam similares. No entanto, conforme a Figura 6.46 e a Figura 6.47, observa-se um efeito compensatório no processo de emissão desses gases pois, enquanto a *Parafina/CP/NFC* libera mais  $CO_2$  que a *Parafina/CP/NF*, com respeito ao  $CO$  ocorre o efeito contrário, ou seja, a *Parafina/CP/NFC* libera menos  $CO$  que a amostra de *Parafina/CP/NF*. Portanto, considerar os efeitos das concentrações de  $CO$  da *Parafina/CP/NF* sobre a taxa de liberação de calor se torna importante, pois, embora sua concentração total seja aproximadamente 81 vezes inferior ao  $CO_2$ , conforme mostram a Tabela 6.17 e a Tabela 6.18, ao ser computada na Equação 2.77, modifica o resultado do cálculo.

Pode-se verificar também na Figura 6.45 e na Figura 6.48, a concordância das curvas da taxa de liberação de calor e de consumo de  $O_2$ , já que o calor liberado é uma função direta da quantidade de  $O_2$  consumido.

Embora a *Parafina* apresente valores de *HRR* e de taxas de consumo de massa inferiores aos da *Parafina* com aditivos, ainda assim produz valores maiores do que o *PEAD*.

Da Tabela 6.15, do calor total liberado, para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W e sem ignição externa, verifica-se que a estimativa dos valores médios, em MJ/kg, são: 42,622 (*Parafina*), 43,672 (*Parafina/CP*), 44,004 (*Parafina/CP/NF*), 42,636 (*Parafina/CP/NFC*) e 40,337 (*PEAD*).

Os desvios do calor total liberado para potência de aquecimento de 2100 W com respeito a potência de aquecimento de 1500 W são: 0,7%, 1,6%, 2,9%, 0,5% e 4,5%. Pode-se verificar mais uma vez que o calor total liberado independe do fluxo de calor incidente sobre a amostra.

As estimativas do calor total liberado são maiores para *Parafina/CP/NF*, *Parafina/CP* e *Parafina/CP/NFC* (nesta ordem), portanto, maiores com respeito a *Parafina* e o *PEAD* indicando o efeito do aumento energético do material pela presença dos aditivos: corante preto, negro de fumo e nanofibra de carbono.

Como o ponto de fusão da *Parafina* é inferior ao do *PEAD*, é esperado para as condições estabelecidas nos ensaios (potência de aquecimento de 2100 W) um tempo de ignição menor para os compostos da *Parafina*. De fato, da Figura 6.49, pode-se verificar, menores valores dos tempos de ignição para os compostos de *Parafina/CP/NFC* e *Parafina/CP/NF*, respectivamente, seguido da *Parafina/CP* e *Parafina*. A presença do *CP*, *NF* e *NFC* modificam o tempo de ignição devido ao fato desses materiais serem melhores absorvedores de energia radiante e possuírem elevada superfície específica.

De uma análise mais detalhada das temperaturas iniciais da região de queima, Figura 6.49, observa-se que embora a temperatura inicial da *Parafina/CP/NFC* seja menor que as demais amostras parafínicas a sua ignição ocorre primeiro,

onde se verifica mais uma vez o poder absorvedor de energia radiante da nanofibra de carbono.

É notória a correlação dos resultados entre as Figura 6.50, Figura 6.51 e Figura 6.52 (temperatura da placa de orifício, pressão da placa de orifício e vazão mássica) com a da taxa de liberação de calor, Figura 6.45. O maior valor de pico da *HRR* é da *Parafina/CP* que concorda em proporções com os valores máximos da temperatura da placa de orifício e com os mínimos da pressão da placa de orifício e da vazão em massa.

Da Equação 2.77 é esperado que o termo  $\sqrt{\Delta P/T}$  contribua negativamente para a medição da *HRR* pois, da Figura 6.50 e da Figura 6.51, a participação de cada uma das grandezas ocorre de forma inversa. De fato, tomando o referido termo isoladamente conduz-se a essa interpretação. No entanto, é verificado que depleção de  $O_2$ ,  $\phi$ , aumenta com o consumo de  $O_2$ , que por sua vez prepondera sobre o termo em questão. A equação 2.77 é mais sensível a variação de  $\phi$  do que  $\sqrt{\Delta P/T}$ . Inferir que altas temperaturas implicam em menores taxas de liberação de calor pode conduzir a interpretações incorretas.

Da Tabela 6.16 até a Tabela 6.18, verifica-se que consumo total de  $O_2$  e a formação total de  $CO_2$  e  $CO$  são maiores para a potência de aquecimento de 2100 W do que para a potência de aquecimento de 1500 W, pois maiores potências correspondem a maiores taxas de consumo de massa, Figura 6.53. Segundo Rokke et al. (2003) isso ocorre pelo fato das taxas de reações na oxidação de  $CO$  em  $CO_2$  serem menores a baixas temperaturas.

Maiores picos de *HRR* se deve aos maiores consumos de  $O_2$  e formação de  $CO_2$  e  $CO$ , que associado ao aumento do gradiente inicial da taxa de consumo de massa os tornam mais atraentes a processos propulsivos, conforme se pode verificar nos materiais derivados da *Parafina*, Figura 6.53.

Da Figura 6.54, para potência de aquecimento de 2100 W, verifica-se que os picos de emissão de  $NO_x$  são maiores para *Parafina/CP/NFC* e *Parafina/CP*. Integrando-se todas as curvas de emissão de  $NO_x$ , Tabela 6.19, tem-se uma emissão total de 761 ppm (*Parafina*), 1156 ppm (*Parafina/CP*), 910 ppm (*Parafina/CP/NF*), 1118 ppm (*Parafina/CP/NFC*) e 739 ppm (*PEAD*), ou seja, na totalidade a concentração de  $NO_x$  da *Parafina/CP* e *Parafina/CP/NFC* também se mantêm como as maiores.

Apesar do pico de  $NO_x$  da *Parafina* ser maior que o pico de *PEAD*, suas emissões totais são semelhantes.

Ainda da Tabela 6.19, verifica-se que a formação total de  $NO_x$  para potência de aquecimento de 2100 W são em média maiores do que para potência de aquecimento de 1500 W. A exceção se faz para a *Parafina* e *Parafina/CP/NFC*.

De todos os compostos utilizados nos ensaios o corante preto é o único que apresenta uma pequena quantidade de nitrogênio na sua constituição. Da Figura 6.54, verifica-se a emissão de  $NO_x$  em todos os materiais, mesmo da *Parafina* e o *PEAD*, que não apresentam nitrogênio na sua constituição.

A formação de  $NO_x$  provavelmente seja decorrente do processo pós-combustão onde o efeito global da temperatura tem grande influência. Fato que ratifica tal comportamento são as taxas de liberação de calor, Figura 6.45, e as temperaturas do anel de amostragem, Figura 6.55, que apresentam picos compatíveis com a formação de  $NO_x$ . Além disso, o efeito pós-combustão dos compostos que utilizam pequena quantidade de nitrogênio com respeito aqueles derivados de hidrazina e grupos nitro se tornam menos significativos em grandes altitudes à medida em que o ar se torna mais rarefeito. Portanto, como os efeitos de formação de  $NO_x$  é decorrente da pós-combustão é esperado que a sua formação não implique em significativo impacto ambiental.



Observa-se um pico de *UHC* próximo à ignição em todos os combustíveis, Figura 6.56. Durante a extinção há alguma instabilidade e as emissões de *UHC* oscilam consideravelmente. Na Tabela 6.20 são apresentados os resultados da integração das frações molares do *UHC*, para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W. Nesse caso pode-se verificar uma diminuição considerável na formação total de *UHC* para a potência de aquecimento de 2100 W com respeito a potência de aquecimento de 1500 W, sendo suas variações iguais a: -57,7% (*Parafina*), -54,5% (*Parafina/CP*), -60,5% (*Parafina/CP/NF*), -61,6% (*Parafina/CP/NFC*) e -3,1% (*PEAD*).

Segundo Rokke et al. (2003) o *UHC* é basicamente um combustível que não sofreu queima completa, formado em regimes de baixa potência ou baixas temperaturas. Polímeros de cadeias muito longas, como o *PEAD*, tendem a se fragmentar ao invés de vaporizar e com isso produzir mais *UHC*. Substâncias que produzem mais *UHC* tendem a produzir menos  $\text{CO}_2$ . Na Figura 6.46 e Figura 6.56 pode-se confirmar este efeito.

Verifica-se que para potência de aquecimento de 2100 W as concentrações totais de *UHC* são: 1077 ppm (*Parafina*), 1819 ppm (*Parafina/CP*), 1486 ppm (*Parafina/CP/NF*), 1958 ppm (*Parafina/CP/NFC*) e 2600 ppm (*PEAD*). Os picos de *PEAD*, *Parafina/CP* e *Parafina/CP/NFC* são proporcionais aos resultados integrados.

Enquanto que a formação de  $\text{NO}_x$  é favorecida pelo aumento da temperatura, com o *UHC* ocorre efeito contrário, diminui com aumento da temperatura. Da Tabela 6.19 e Tabela 6.20, pode-se verificar que a quantidade total na formação de *UHC* é de quatro vezes, em média, superior a de  $\text{NO}_x$ , para potência de aquecimento de 1500 W, diminuindo para duas vezes, em média, para potência de aquecimento de 2100 W.

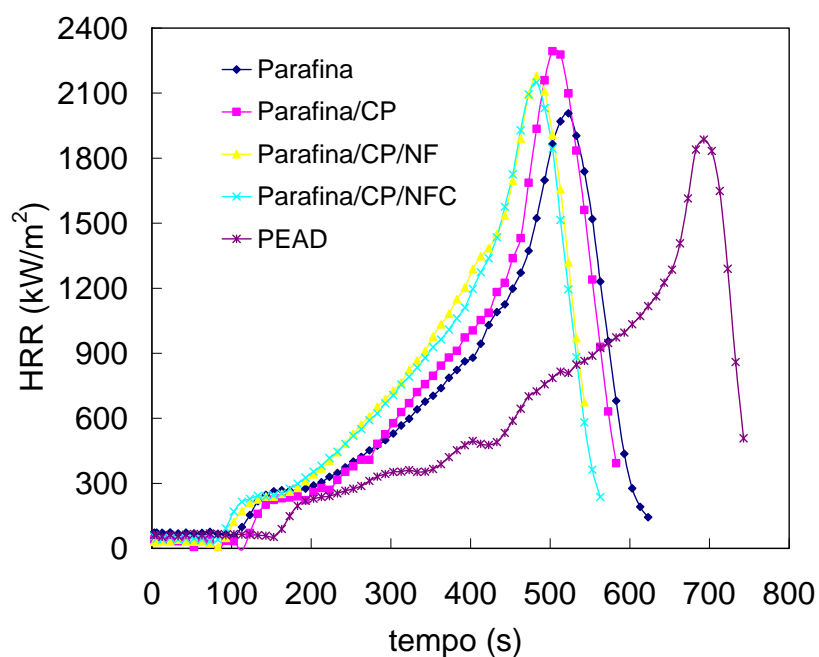


Figura 6.45 - Taxa de liberação de calor,  $HRR$ , durante a combustão dos compostos de *Parafina* e *PEAD*, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa.

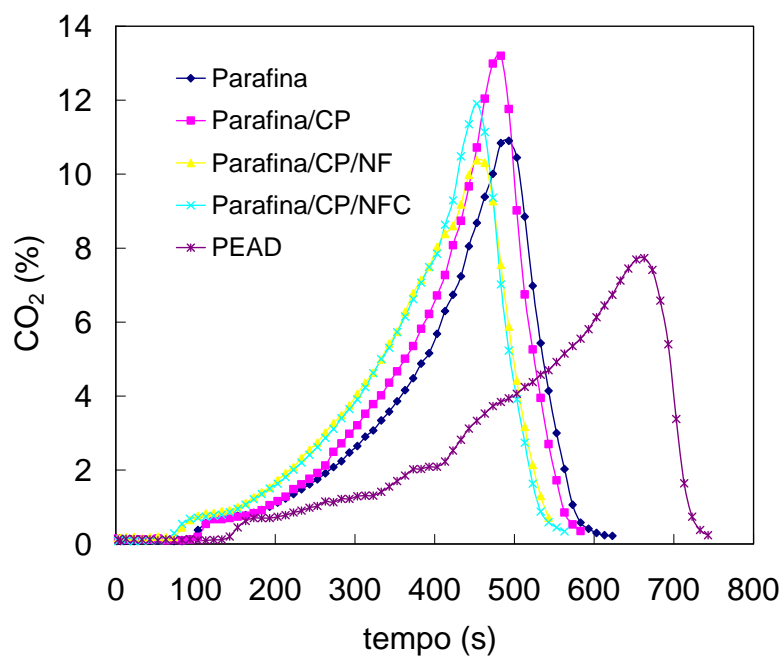


Figura 6.46 - Frações molares de  $CO_2$  durante a combustão dos compostos de *Parafina* e *PEAD*, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa.

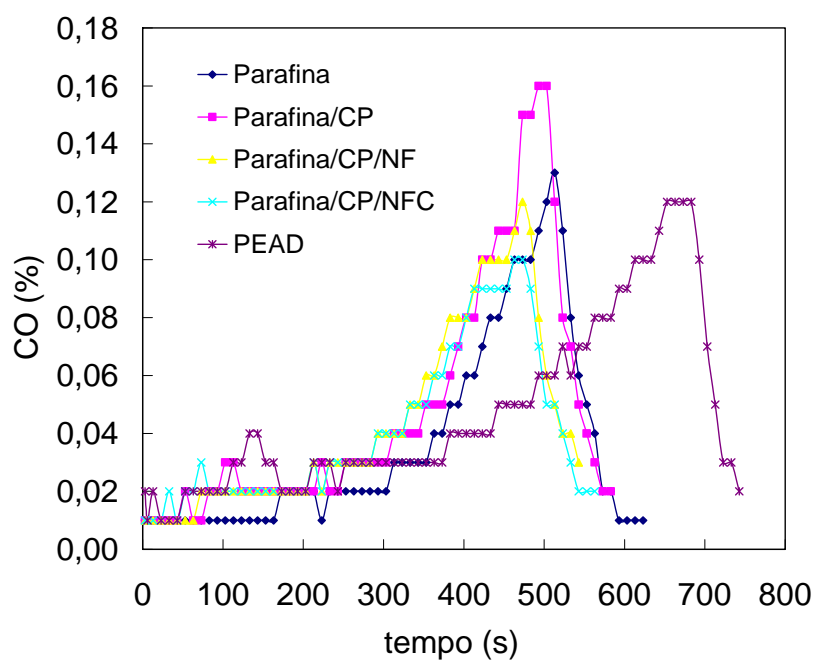


Figura 6.47 - Frações molares de CO durante a combustão dos compostos de *Parafina* e *PEAD*, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa.

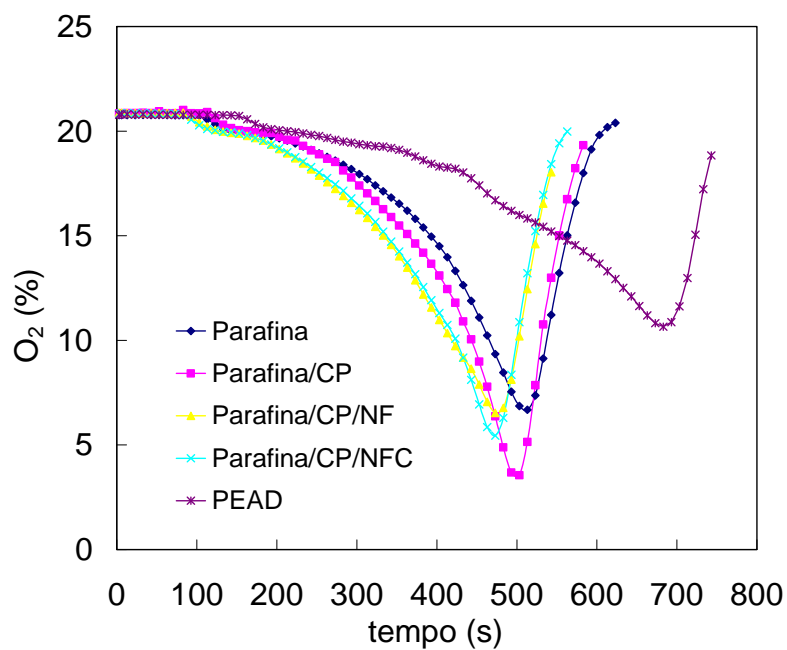


Figura 6.48 - Frações molares de O<sub>2</sub> durante a combustão dos compostos de *Parafina* e *PEAD*, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa.

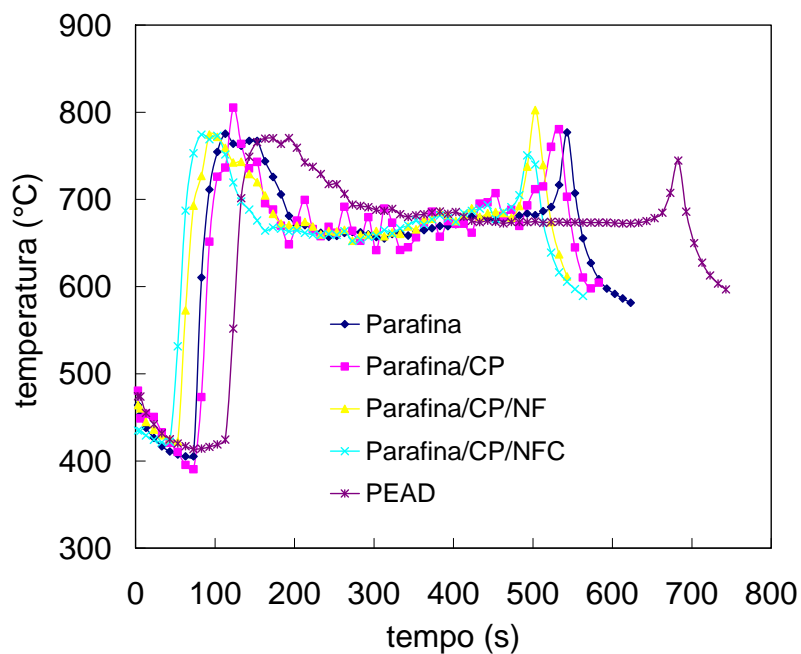


Figura 6.49 - Temperatura da região de queima durante a combustão dos compostos de *Parafina* e *PEAD*, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa.

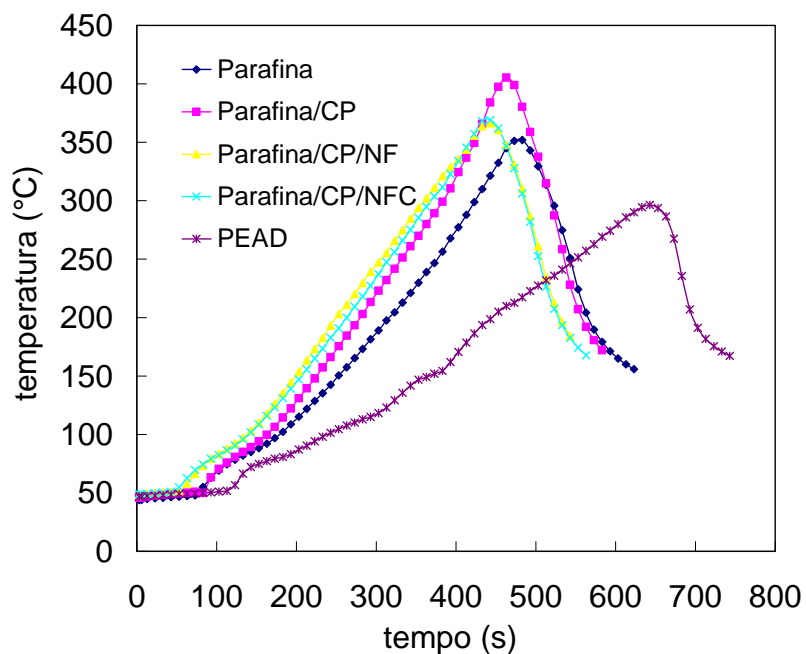


Figura 6.50 - Temperatura da placa de orifício durante a combustão dos compostos de *Parafina* e *PEAD*, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa.

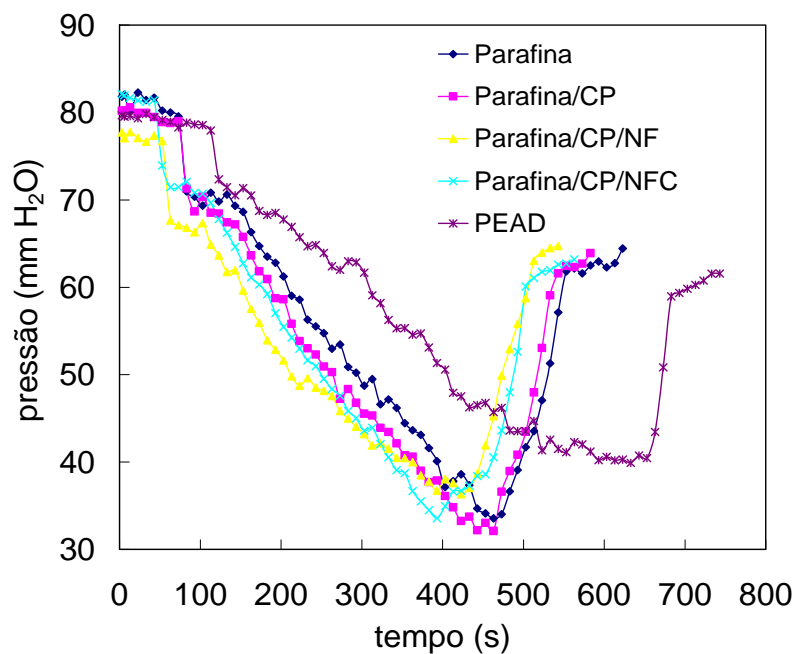


Figura 6.51 - Pressão na placa de orifício durante a combustão dos compostos de *Parafina* e *PEAD*, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa.

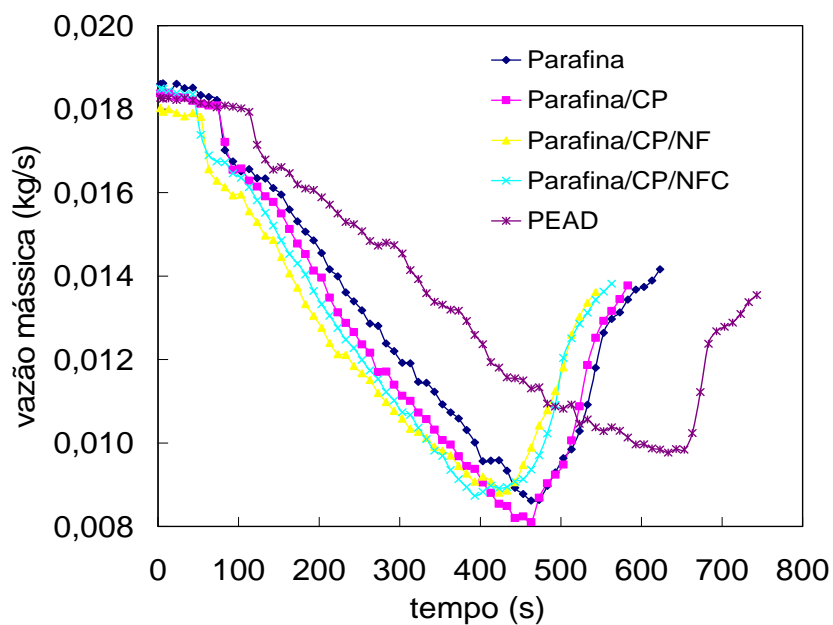


Figura 6.52 - Vazão mássica na placa de orifício durante a combustão dos compostos de *Parafina* e *PEAD*, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa.

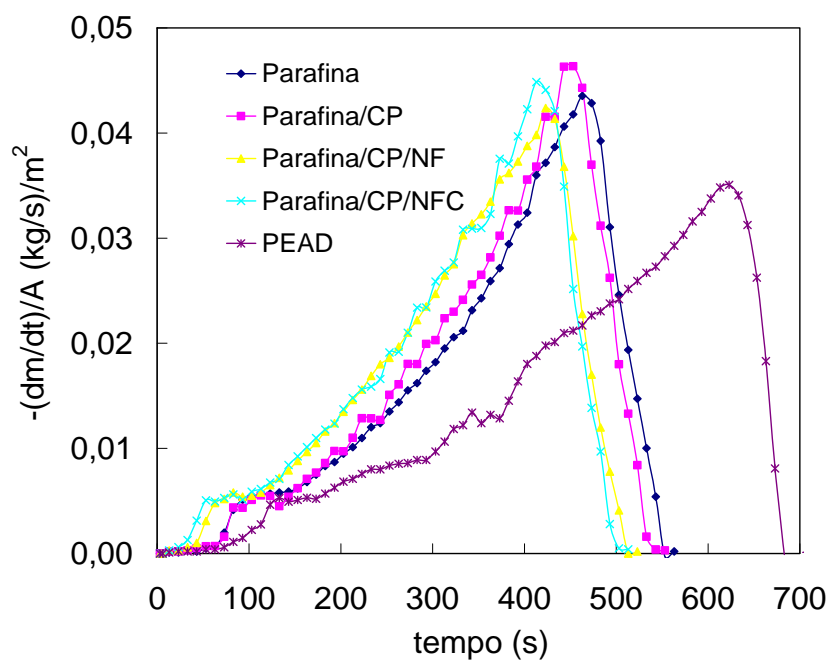


Figura 6.53 - Taxa de consumo de massa durante a combustão dos compostos de *Parafina* e *PEAD*, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa.

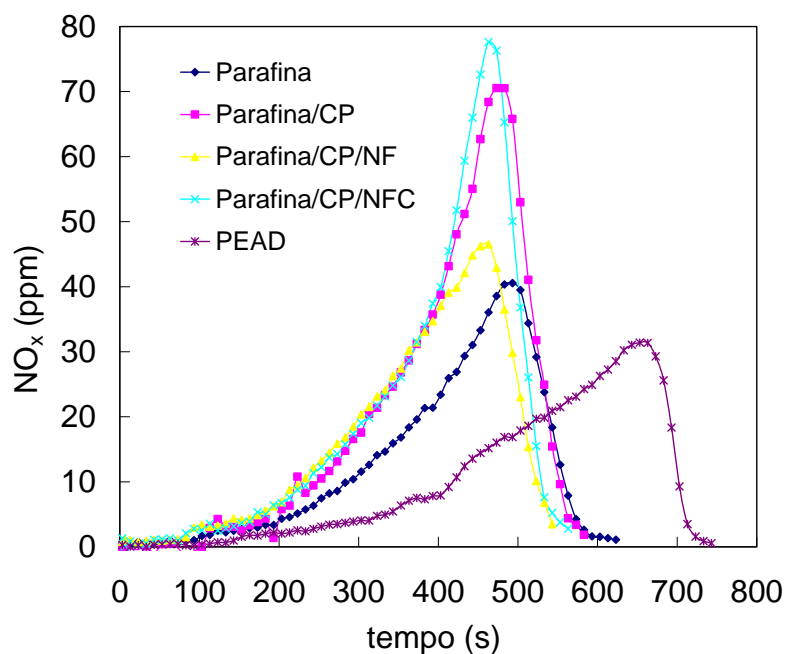


Figura 6.54 - Frações molares de NO<sub>x</sub> durante a combustão dos compostos de *Parafina* e *PEAD*, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa.

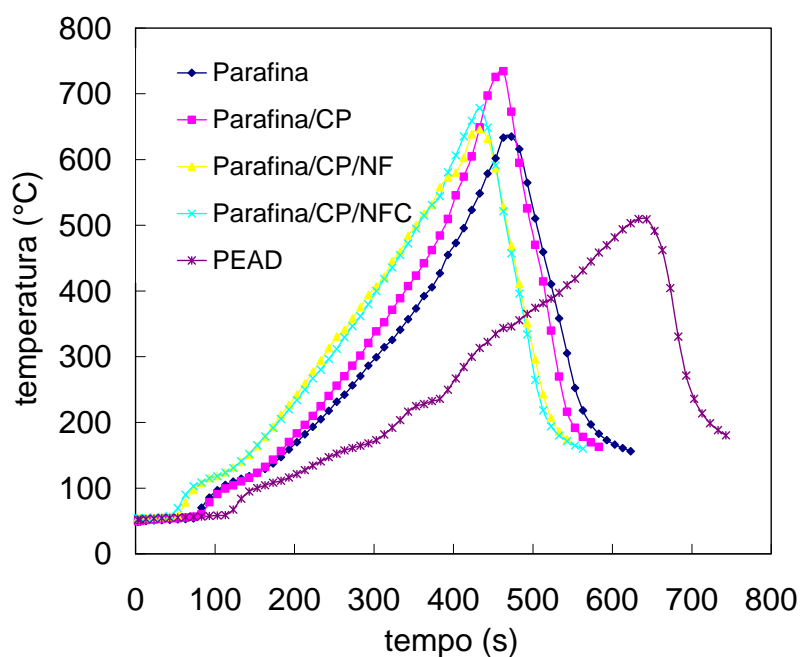


Figura 6.55 - Temperatura do anel de amostragem durante a combustão dos compostos de *Parafina* e *PEAD*, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa.

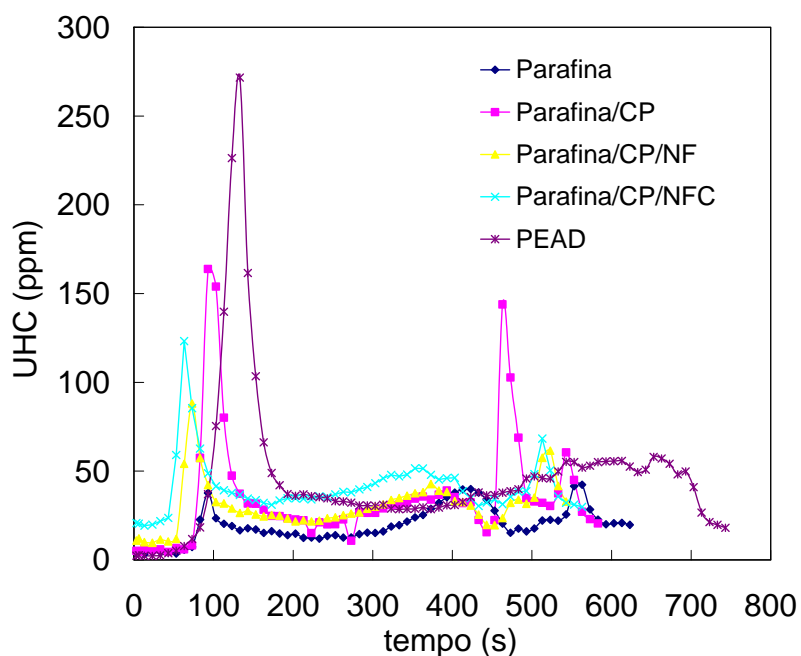


Figura 6.56 - Frações molares de *UHC* durante a combustão dos compostos de *Parafina* e *PEAD*, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa.

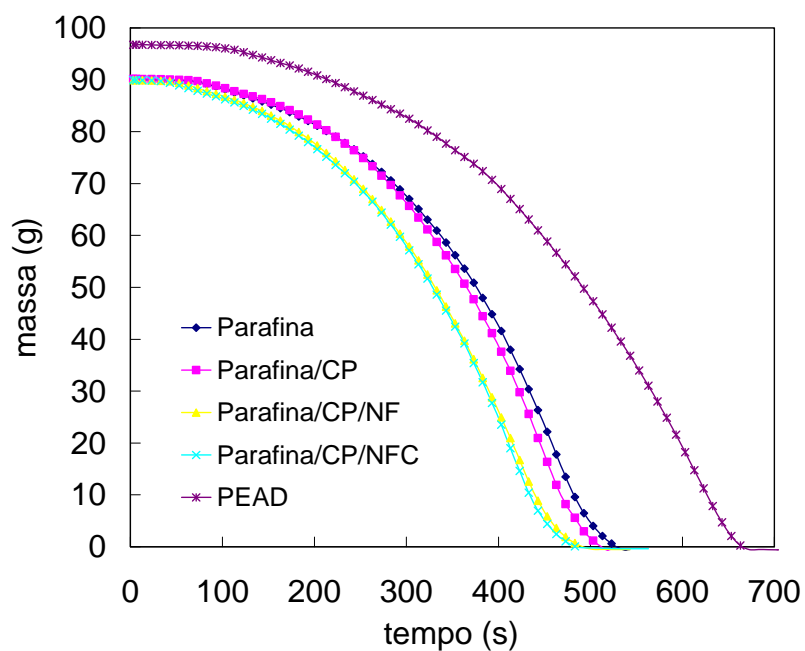


Figura 6.57 - Evolução de massa durante a combustão dos compostos de *Parafina* e *PEAD*, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa.

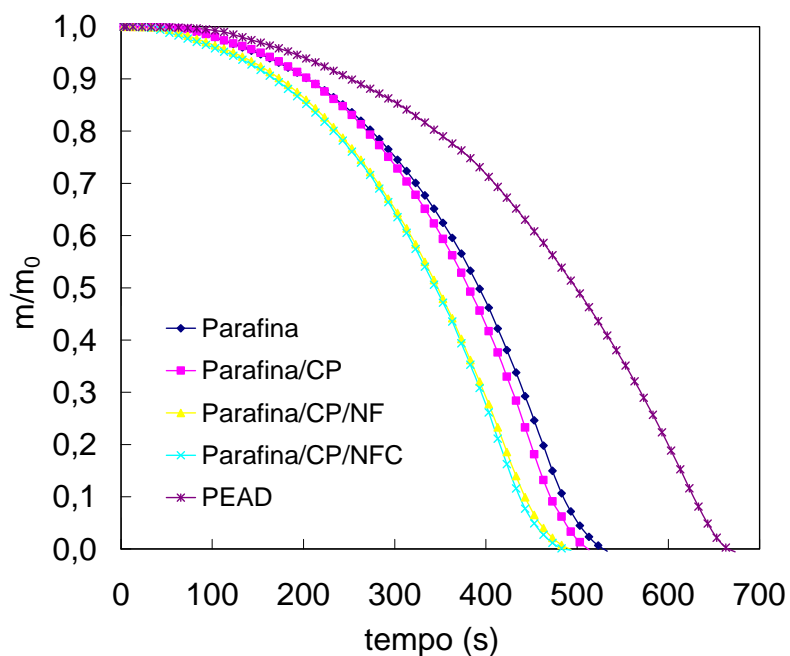


Figura 6.58 - Evolução de massa normalizada durante a combustão dos compostos de *Parafina* e *PEAD*, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa.



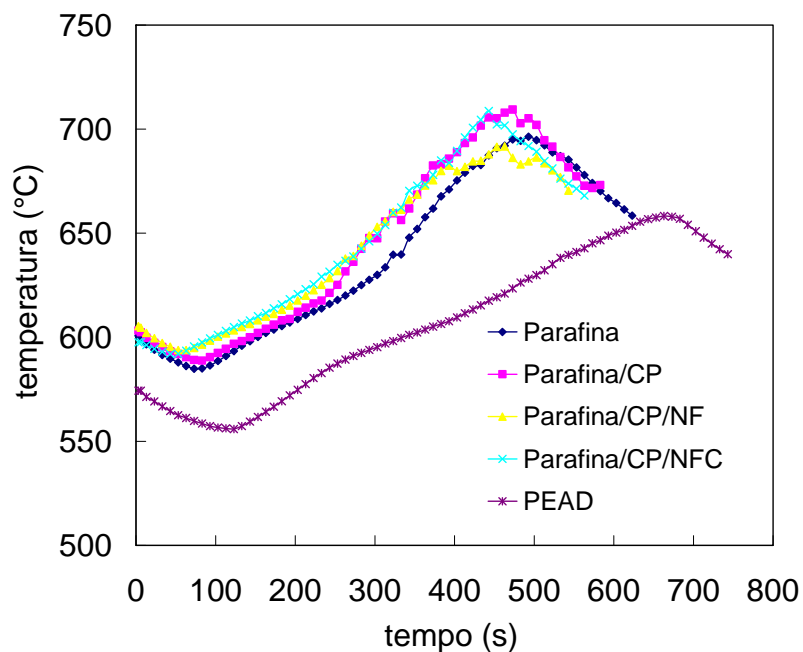


Figura 6.59 - Temperaturas médias das resistências durante a combustão dos compostos de *Parafina* e *PEAD*, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa.

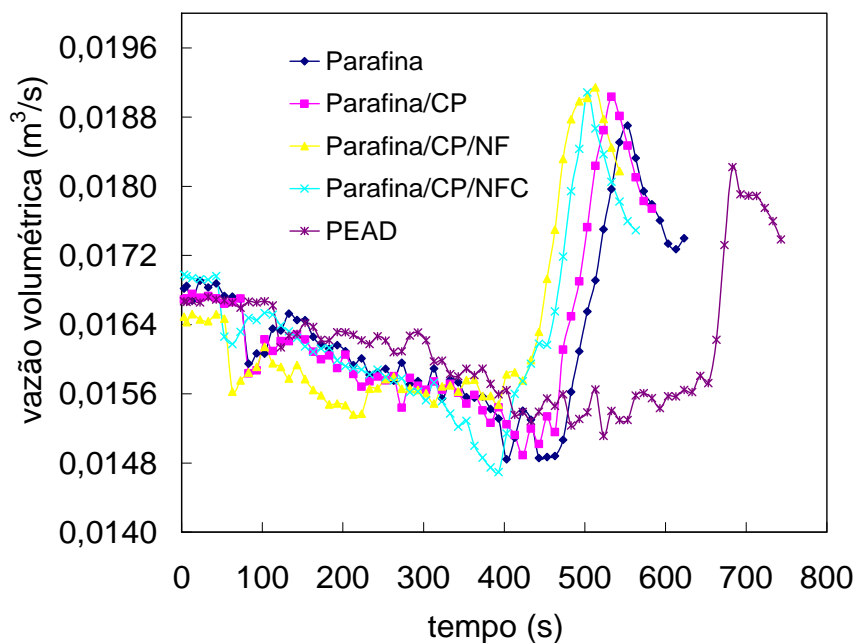


Figura 6.60 - Vazão volumétrica na placa de orifício durante a combustão dos compostos de *Parafina* e *PEAD*, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa.

Tabela 6.7 - Valores máximos e mínimos, tempos característicos e classificação das características de inflamabilidade dos compostos de *Parafina* e *PEAD*, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa.

Propriedades	Compostos				
	<i>Parafina</i>	<i>Parafina/CP</i>	<i>Parafina/CP/NF</i>	<i>Parafina/CP/NFC</i>	<i>PEAD</i>
Pico da <i>HRR</i> ( $kW/m^2$ )	2007 (4)	2293 (1)	2179 (2)	2149 (3)	1886 (5)
Pico da <i>HRR</i> ( $kW/m^2$ ) (sem CO)	2011 (4)	2297 (1)	2183 (2)	2152 (3)	1891 (5)
Pico da <i>HRR</i> ( $kW/m^2$ ) (sem CO <sub>2</sub> )	2075 (4)	2330 (1)	2249 (2)	2205 (3)	1989 (5)
Pico da <i>HRR</i> ( $kW/m^2$ ) (sem CO <sub>2</sub> e CO)	2078 (4)	2333 (1)	2252 (2)	2208 (3)	1994 (5)
Pico da taxa de consumo de massa ( $kg/s$ )/ $m^2$	0,044 (3)	0,046 (1)	0,042 (4)	0,045 (2)	0,035 (5)
Depleção de O <sub>2</sub> (%)	14,32 (4)	17,65 (1)	14,47 (3)	15,55 (2)	10,35 (5)
Pico de CO <sub>2</sub> (%)	10,90 (3)	13,20 (1)	10,38 (4)	11,90 (2)	7,69 (5)

(continua)

Tabela 6.7 - Continuação.

Pico de CO (%)	0,13 (2)	0,16 (1)	0,12 (3)	0,10 (4)	0,12 (3)
Pico de NO <sub>x</sub> (ppm)	41 (4)	71 (2)	47 (3)	78 (1)	31 (5)
Primeiro pico de UHC (ppm)	37 (5)	164 (2)	88 (4)	123 (3)	272 (1)
Primeiro pico da temperatura da região da chama (°C)	775 (2)	805 (1)	774 (3)	774 (4)	766 (5)
Pico de temperatura do anel de amostragem (°C)	635 (4)	734 (1)	646 (3)	678 (2)	509 (5)
Pico de temperatura da placa de orifício (°C)	352 (4)	405 (1)	366 (3)	369 (2)	296 (5)
Pico de temperatura da resistência (°C)	696 (3)	709 (1)	691 (4)	709 (2)	658 (5)
Mínimo da pressão da placa de orifício (mm H <sub>2</sub> O)	33 (2)	32 (1)	36 (4)	34 (3)	40 (5)
Mínimo da vazão mássica (kg/s)	0,00862 (2)	0,00810 (1)	0,00881 (4)	0,00874 (3)	0,00977 (5)

(continua)

Tabela 6.7 - Conclusão.

Tempo do pico da <i>HRR</i> (s)	499 (3)	479 (2)	459 (1)	459 (1)	669 (4)
Tempo do pico da taxa de consumo de massa (s)	463 (4)	453 (3)	423 (2)	413 (1)	623 (5)
Tempo de auto-ignição (s)	79 (3)	79 (3)	59 (2)	49 (1)	119 (4)
Tempo final de queima (s)	559 (4)	549 (3)	519 (2)	509 (1)	699 (5)
Tempo total de queima (s)	480 (3)	470 (2)	460 (1)	460 (1)	580 (4)

Tabela 6.8 - Variações percentuais dos picos da taxa de liberação de calor e da taxa de consumo de massa dos compostos de *Parafina* com respeito ao *PEAD*, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa.

% variação	<i>Parafina</i>	<i>Parafina/CP</i>	<i>Parafina/CP/NF</i>	<i>Parafina/CP/NFC</i>
Pico da taxa de liberação de calor	+6,44	+21,62	+15,57	+13,96
Pico da taxa de consumo de massa	+24,15	+32,16	+20,84	+27,89

Tabela 6.9 - Principais características de inflamabilidade da *Parafina*, para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W e sem ignição externa.

Propriedade	Potência de aquecimento (W)		Diferença	Desvio em relação a 1500 W (%)
	1500	2100		
Pico da $HRR$ ( $kW/m^2$ )	1715	2007	-292	17,1
Pico da taxa de consumo de massa ( $kg/s$ )/ $m^2$	0,038	0,044	-0,006	15,8
Depleção de $O_2$ (%)	12,28	14,32	-2,04	16,6
Pico de $CO_2$ (%)	9,17	10,90	-1,73	18,9
Pico de $CO$ (%)	0,15	0,13	0,02	-13,3
Pico de $NO_x$ (ppm)	39	40	-1	2,6
Primeiro pico de $UHC$ (ppm)	417	37	380	-91,1
Pico de temperatura do anel de amostragem ( $^{\circ}C$ )	546	639	-93	17,0
Pico de temperatura da placa de orifício ( $^{\circ}C$ )	337	352	-15	4,5
Pico de temperatura da resistência ( $^{\circ}C$ )	646	696	-50	7,7
Mínimo da pressão da placa de orifício ( $mm$ $H_2O$ )	35	33	2	-5,7

(continua)

Tabela 6.9 - Conclusão.

Mínimo da vazão mássica ( <i>kg/s</i> )	0,0090	0,0086	0,0004	-3,9
Tempo do pico da <i>HRR</i> (s)	729	499	230	-31,6
Tempo do pico da taxa de consumo de massa (s)	709	463	246	-34,7
Tempo de auto- ignição (s)	249	79	170	-68,3
Tempo final de queima (s)	809	559	250	-30,9
Tempo total de queima (s)	560	480	80	-14,3

Tabela 6.10 - Principais características de inflamabilidade da *Parafina* aditivada com corante preto, para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W e sem ignição externa.

Propriedade	Potência de aquecimento (W)		Diferença	Desvio em relação a 1500 W (%)
	1500	2100		
Pico da $HRR$ ( $kW/m^2$ )	2005	2293	-288	14,4
Pico da taxa de consumo de massa ( $kg/s$ )/ $m^2$	0,043	0,046	-0,003	7,0
Depleção de $O_2$ (%)	14,74	17,65	-2,91	19,7
Pico de $CO_2$ (%)	10,94	13,20	-2,26	20,7
Pico de $CO$ (%)	0,09	0,16	-0,07	77,8
Pico de $NO_x$ (ppm)	55	70	-15	27,3
Primeiro pico de $UHC$ (ppm)	823	164	659	-80,1
Pico de temperatura do anel de amostragem ( $^{\circ}C$ )	662	734	-72	10,9
Pico de temperatura da placa de orifício ( $^{\circ}C$ )	366	405	-39	10,7
Pico de temperatura da resistência ( $^{\circ}C$ )	640	710	-70	10,9
Mínimo da pressão da placa de orifício ( $mm$ $H_2O$ )	35	32	3	-8,6

(continua)

Tabela 6.10 - Conclusão.

Mínimo da vazão mássica ( <i>kg/s</i> )	0,0088	0,0081	0,0007	-7,5
Tempo do pico da <i>HRR</i> (s)	739	479	260	-35,2
Tempo do pico da taxa de consumo de massa (s)	719	453	266	-37,0
Tempo de auto- ignição (s)	289	79	210	-72,7
Tempo final de queima (s)	819	549	270	-33,0
Tempo total de queima (s)	530	470	60	-11,3



Tabela 6.11 - Principais características de inflamabilidade da *Parafina* aditivada com corante preto e negro de fumo, para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W e sem ignição externa.

Propriedade	Potência de aquecimento (W)		Diferença	Desvio em relação a 1500 W (%)
	1500	2100		
Pico da $HRR$ ( $kW/m^2$ )	1735	2179	-444	25,6
Pico da taxa de consumo de massa ( $kg/s$ )/ $m^2$	0,036	0,042	-0,006	16,7
Depleção de $O_2$ (%)	11,72	14,47	-2,75	23,5
Pico de $CO_2$ (%)	8,59	10,38	-1,79	20,8
Pico de $CO$ (%)	0,08	0,12	-0,04	50,0
Pico de $NO_x$ (ppm)	40	47	-7	17,5
Primeiro pico de $UHC$ (ppm)	574	88	486	-84,7
Pico de temperatura do anel de amostragem ( $^{\circ}C$ )	575	646	-71	12,3
Pico de temperatura da placa de orifício ( $^{\circ}C$ )	331	366	-35	10,6
Pico de temperatura da resistência ( $^{\circ}C$ )	633	691	-58	9,2
Mínimo da pressão da placa de orifício ( $mm$ $H_2O$ )	38	36	2	-5,3

(continua)

Tabela 6.11 - Conclusão.

Mínimo da vazão mássica ( <i>kg/s</i> )	0,0093	0,0088	0,0005	-5,1
Tempo do pico da <i>HRR</i> (s)	719	459	260	-36,2
Tempo do pico da taxa de consumo de massa (s)	699	423	276	-39,5
Tempo de auto- ignição (s)	249	59	190	-76,3
Tempo final de queima (s)	799	519	280	-35,0
Tempo total de queima (s)	550	460	90	-16,4

Tabela 6.12 - Principais características de inflamabilidade da *Parafina* aditivada com corante preto e nanofibra de carbono, para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W e sem ignição externa.

Propriedade	Potência de aquecimento (W)		Diferença	Desvio em relação a 1500 W (%)
	1500	2100		
Pico da $HRR$ ( $kW/m^2$ )	1757	2149	-392	22,3
Pico da taxa de consumo de massa ( $kg/s/m^2$ )	0,039	0,045	-0,006	15,4
Depleção de $O_2$ (%)	12,74	15,55	-2,81	22,1
Pico de $CO_2$ (%)	9,22	11,90	-2,68	29,1
Pico de $CO$ (%)	0,08	0,10	-0,02	25,0
Pico de $NO_x$ (ppm)	70	78	-8	11,4
Primeiro pico de $UHC$ (ppm)	599	123	476	-79,5
Pico de temperatura do anel de amostragem ( $^{\circ}C$ )	609	678	-69	11,3
Pico de temperatura da placa de orifício ( $^{\circ}C$ )	344	369	-25	7,3
Pico de temperatura da resistência ( $^{\circ}C$ )	635	709	-74	11,7

(continua)

Tabela 6.12 - Conclusão.

Mínimo da pressão da placa de orifício ( <i>mm H<sub>2</sub>O</i> )	34	34	0	0,0
Mínimo da vazão mássica ( <i>kg/s</i> )	0,0087	0,0087	0	0
Tempo do pico da <i>HRR</i> (s)	679	459	220	-32,4
Tempo do pico da taxa de consumo de massa (s)	639	413	226	-35,4
Tempo de auto-ignição (s)	209	49	160	-76,6
Tempo final de queima (s)	749	509	240	-32,0
Tempo total de queima (s)	540	460	80	-14,8

Tabela 6.13 - Principais características de inflamabilidade do *PEAD*, para potências de aquecimento de 1500 *W* e 2100 *W* e sem ignição externa.

Propriedade	Potência de aquecimento ( <i>W</i> )		Diferença	Desvio em relação a 1500 <i>W</i> (%)
	1500	2100		
Pico da <i>HRR</i> ( <i>kW/m</i> <sup>2</sup> )	1380	1886	-506	36,7
Pico da taxa de consumo de massa ( <i>kg/s</i> )/ <i>m</i> <sup>2</sup>	0,033	0,035	-0,002	6,1
Depleção de <i>O</i> <sub>2</sub> (%)	8,14	10,35	-2,21	27,1
Pico de <i>CO</i> <sub>2</sub> (%)	6,20	7,69	-1,49	24,0
Pico de <i>CO</i> (%)	0,08	0,12	-0,04	50,0
Pico de <i>NO</i> <sub>x</sub> ( <i>ppm</i> )	24	31	-7	29,2
Primeiro pico de <i>UHC</i> ( <i>ppm</i> )	225	272	-47	20,9
Pico de temperatura do anel de amostragem (°C)	442	509	-67	15,2
Pico de temperatura da placa de orifício (°C)	273	296	-23	8,4
Pico de temperatura da resistência (°C)	599	658	-59	9,8
Mínimo da pressão da placa de orifício ( <i>mm H</i> <sub>2</sub> <i>O</i> )	41	40	1	-2,4

(continua)

Tabela 6.13 - Conclusão.

Mínimo da vazão mássica ( <i>kg/s</i> )	0,0101	0,0098	0,0004	-3,5
Tempo do pico da <i>HRR</i> (s)	1039	669	370	-35,6
Tempo do pico da taxa de consumo de massa (s)	969	623	346	-35,7
Tempo de auto- ignição (s)	409	119	290	-70,9
Tempo final de queima (s)	1069	699	370	-34,6
Tempo total de queima (s)	660	580	80	-12,1

Tabela 6.14 - Resultados das taxas de liberação de calor média nos ensaios dos compostos de *Parafina* e *PEAD*, para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W e sem ignição externa.

Material	Taxa de liberação de calor média (kW/m <sup>2</sup> )		Diferença (kW/m <sup>2</sup> )	Desvio em relação a 1500 W (%)
	Potência de aquecimento de 1500 W	Potência de aquecimento de 2100 W		
<i>Parafina</i>	683	803	-120	17,6
<i>Parafina/CP</i>	737	827	-91	12,3
<i>Parafina/CP/NF</i>	711	873	-162	22,7
<i>Parafina/CP/NFC</i>	708	836	-128	18,1
<i>PEAD</i>	574	688	-114	19,9

Tabela 6.15 - Resultados dos calores totais liberado nos ensaios dos compostos de *Parafina* e *PEAD*, para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W e sem ignição externa.

Material	Calor total liberado (MJ/kg)		Média (MJ/kg)	Desvio em relação a 1500 W (%)
	Potência de aquecimento de 1500 W	Potência de aquecimento de 2100 W		
<i>Parafina</i>	42,478	42,766	42,622	0,7
<i>Parafina/CP</i>	43,316	44,028	43,672	1,6
<i>Parafina/CP/NF</i>	43,375	44,632	44,004	2,9
<i>Parafina/CP/NFC</i>	42,527	42,744	42,636	0,5
<i>PEAD</i>	39,446	41,229	40,337	4,5

Tabela 6.16 - Resultados da soma das frações molares de  $O_2$  consumido nos ensaios dos compostos de *Parafina* e *PEAD*, para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W e sem ignição externa.

Material	Frações molares (%)		Diferença (%)	Desvio em relação a 1500 W (%)
	Potência de aquecimento de 1500 W	Potência de aquecimento de 2100 W		
<i>Parafina</i>	232,33	243,82	-11,5	4,9
<i>Parafina/CP</i>	243,18	272,31	-29,1	12,0
<i>Parafina/CP/NF</i>	235,78	263,02	-27,2	11,6
<i>Parafina/CP/NFC</i>	237,64	254,61	-17,0	7,1
<i>PEAD</i>	204,57	231,57	-27,0	13,2

Tabela 6.17 - Resultados da soma das frações molares de  $CO_2$  formado nos ensaios dos compostos de *Parafina* e *PEAD*, para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W e sem ignição externa.

Material	Frações molares (%)		Diferença (%)	Desvio em relação a 1500 W (%)
	Potência de aquecimento de 1500 W	Potência de aquecimento de 2100 W		
<i>Parafina</i>	182,34	189,07	-6,73	3,7
<i>Parafina/CP</i>	181,49	204,51	-23,02	12,7
<i>Parafina/CP/NF</i>	178,34	194,70	-16,36	9,2
<i>Parafina/CP/NFC</i>	177,31	194,70	-17,39	9,8
<i>PEAD</i>	172,70	184,30	-11,60	6,7



Tabela 6.18 - Resultados da soma das frações molares de CO formado nos ensaios dos compostos de *Parafina* e *PEAD*, para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W e sem ignição externa.

Material	Frações molares (%)		Diferença (%)	Desvio em relação a 1500 W (%)
	Potência de aquecimento de 1500 W	Potência de aquecimento de 2100 W		
<i>Parafina</i>	2,40	2,15	0,25	-10,4
<i>Parafina/CP</i>	1,75	2,67	-0,92	52,6
<i>Parafina/CP/NF</i>	1,98	2,31	-0,33	16,7
<i>Parafina/CP/NFC</i>	2,17	2,15	0,02	-0,9
<i>PEAD</i>	2,02	3,18	-1,16	57,4

Tabela 6.19 - Resultados da soma das frações molares de NO<sub>x</sub> formado nos ensaios dos compostos de *Parafina* e *PEAD*, para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W e sem ignição externa.

Material	Frações molares (ppm)		Diferença (ppm)	Desvio em relação a 1500 W (%)
	Potência de aquecimento de 1500 W	Potência de aquecimento de 2100 W		
<i>Parafina</i>	765	761	4	-0,5
<i>Parafina/CP</i>	964	1156	-192	20,0
<i>Parafina/CP/NF</i>	809	910	-101	12,5
<i>Parafina/CP/NFC</i>	1239	1118	120	-9,7
<i>PEAD</i>	658	739	-81	12,3

Tabela 6.20 - Resultados da soma das frações molares de *UHC* formado nos ensaios dos compostos de *Parafina* e *PEAD*, para potências de aquecimento de 1500 *W* e 2100 *W* e sem ignição externa.

Material	Frações molares (ppm)		Diferença (ppm)	Desvio em relação a 1500 <i>W</i> (%)
	Potência de aquecimento de 1500 <i>W</i>	Potência de aquecimento de 2100 <i>W</i>		
<i>Parafina</i>	2546	1077	1469	-57,7
<i>Parafina/CP</i>	3997	1819	2178	-54,5
<i>Parafina/CP/NF</i>	3761	1486	2275	-60,5
<i>Parafina/CP/NFC</i>	5093	1958	3136	-61,6
<i>PEAD</i>	2683	2600	83	-3,1

## 6.5 Resultados experimentais das características de inflamabilidade do *LHNA 02/SC*, com potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W, com e sem ignição externa

O *LHNA 02/SC*, sem carga, foi processado como material de referência. Ele apresenta em média 91,1% de *HTPB*, 1,50% de plastificante, 0,01% de acelerador e 7,30% de agente de cura.

De forma generalizada, da Figura 6.62 até a Figura 6.77, verifica-se regiões bem definidas como as de pirólise, ignição, combustão e extinção da chama.

Constata-se o consumo total do *LHNA 02/SC* no final do ensaio, conforme Figura 6.61 (a). No caso do *PEAD* ou da *Parafina* o consumo de massa também se dá na totalidade. Como meio de comparação, na Figura 6.61 (b) é apresentado o cadinho após os ensaios com *PEAD* ou *Parafina*. Esses materiais apresentam perfis da *HRR* e da taxa de consumo de massa côncavos para baixo e deslocados para a direita (materiais propensos à combustão). O *LHNA 02/SC* apresenta perfis das curvas da *HRR* e da taxa de consumo de massa *aproximadamente simétricos*, Figura 6.62 a Figura 6.65 (materiais não propensos à combustão).

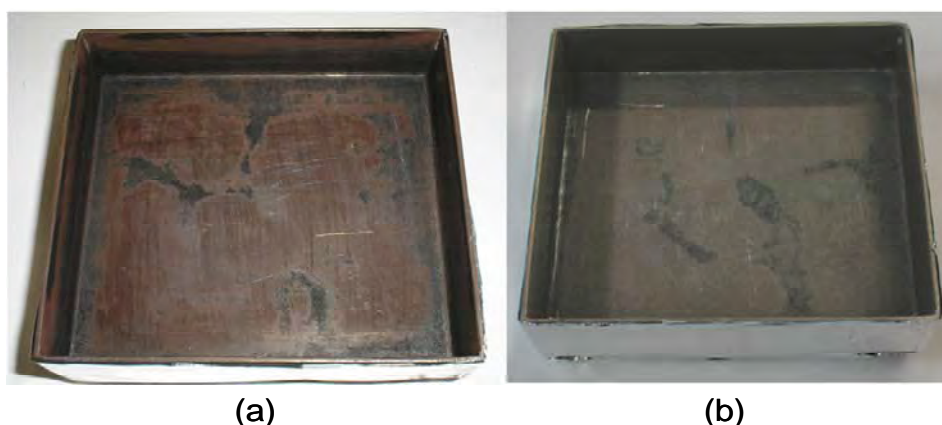


Figura 6.61 - Cadinho de retangular de aço após ensaio com *LHNA 02/SC* (a) e *PEAD* ou *Parafina* (b).

Da Figura 6.16 (*PEAD*) e Figura 6.30 (*Parafina*) referentes à taxa de consumo de massa, para potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa, verifica-se que suas massas remanescentes no pico de  $-(dm/dt)/A$  são de aproximadamente 12% e 20% das massas iniciais, respectivamente. Após os picos, as massas remanescentes, que se encontram no estado líquido, são consumidas em apenas 60 e 90 s, respectivamente, que lhe confere o perfil íngreme no final da cada ensaio.

No perfil aproximadamente simétrico do *LHNA 02/SC*, observa-se que há duas regiões em que  $-(dm/dt)/A$  se mantém praticamente constante: na ignição e na extinção. O primeiro perfil, aproximadamente constante, de  $-(dm/dt)/A$  é decorrente da mudança de fase do material, na ignição, quando a chama se distribui sobre a amostra. As massas remanescentes após o pico de  $-(dm/dt)/A$  são de aproximadamente 44,7% e 41,7% das massas iniciais, respectivamente, para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W e sem ignição externa, Figura 6.64 e Figura 6.65.

O pico da taxa de consumo de massa concorda com os máximos das temperaturas do anel de amostragem e da placa de orifício e com o mínimo da temperatura na região da chama, Figura 6.66 e Figura 6.67 (considerando os referidos atrasos). Após o pico de  $-(dm/dt)/A$ , a temperatura na região da chama aumenta e provoca mais uma mudança de fase do material com a consequente diminuição da variação de  $-(dm/dt)/A$ , caracterizando o segundo perfil aproximadamente constante.

Das Figura 6.62 e Figura 6.63, verifica-se que as diferenças entre os picos da *HRR*, para os processos com e sem ignição, para as potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W, são respectivamente,  $+14 \text{ kW/m}^2$  (pico da queima com ignição externa acima do pico sem ignição externa) e  $-160 \text{ kW/m}^2$  (pico da queima com ignição externa abaixo do pico sem ignição externa).

As incertezas expandidas dos picos da *HRR* apresentadas na Tabela 4.3 são:  $273 \text{ kW/m}^2$  e  $273 \text{ kW/m}^2$ , com e sem ignição externa, respectivamente, para a potência de aquecimento de  $1500 \text{ W}$  e  $255 \text{ kW/m}^2$  e  $274 \text{ kW/m}^2$ , com e sem ignição externa, respectivamente, para a potência de aquecimento de  $2100 \text{ W}$ .

Pode-se verificar que todas as incertezas expandidas dos picos da *HRR*, com e sem ignição externa, para as potências de aquecimento de  $1500 \text{ W}$  e  $2100 \text{ W}$ , são maiores que as diferenças entre os referidos picos (intervalos de  $14 \text{ kW/m}^2$  e  $160 \text{ kW/m}^2$ ). Assim, pode-se concluir que há uma probabilidade 95% de se encontrar o valor verdadeiro do pico da *HRR* nos referidos intervalos de incertezas expandidas.

As médias de pico da *HRR* (com e sem ignição externa) para potências de aquecimento de  $1500 \text{ W}$  e  $2100 \text{ W}$  são de  $1610 \text{ kW/m}^2$  e  $1481 \text{ kW/m}^2$ , portanto, uma diferença de  $129 \text{ kW/m}^2$ . Das incertezas descritas anteriormente, mais uma vez pode-se estimar que há 95% de probabilidade de se encontrar os valores verdadeiros do mensurando da *HRR* nos intervalos de incertezas considerado.

Ao se determinar a taxa de liberação de calor média das curvas da *HRR* para ambas as potências de aquecimento, conforme Tabela 6.21, verifica-se um desvio com respeito a  $1500 \text{ W}$ , de 18,6% e 21,0%, para os processos com e sem ignição externa, respectivamente.

Dois aspectos devem ser considerados neste resultado: a) o pico médio para potência de aquecimento de  $1500 \text{ W}$  é maior que a  $2100 \text{ W}$ ; e b) o tempo de queima para potência de aquecimento de  $1500 \text{ W}$  (430 s) é maior que a  $2100 \text{ W}$  (350 s). Poder-se-ia então esperar que a taxa de liberação de calor média seria maior para potência de aquecimento de  $1500 \text{ W}$ . Entretanto, de uma análise gráfica mais minuciosa observa-se que o perfil da curva da *HRR* para potência de aquecimento de  $2100 \text{ W}$  envolve o perfil para a potência de

aquecimento de 1500 W, ou seja, a sua área é maior, que conduz ao resultado da Tabela 6.21. Portanto, pode-se afirmar que maiores fluxos de calor incidentes implicam em maiores valores médios da taxa de liberação de calor.

A presença do agente de cura acarreta o aparecimento de ligações cruzadas nos materiais que são difíceis de serem quebradas. Ao se incidir um fluxo de calor externo sobre a amostra ocorre a quebra das cadeias de cima para baixo, com a formação de material pirolisável, em quantidade tanto maior quanto maior forem os fluxos de calor externo, conduzindo a curvas da taxa de liberação de calor com maiores áreas e, portanto, maiores taxas de liberação de calor média.

Tabela 6.21 - Resultados das taxas de liberação de calor média, para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W, com e sem ignição externa.

Centelhador	$HRR_{\text{média}} (kW/m^2)$		Diferença ( $kW/m^2$ )	Desvio em relação a 1500 W (%)
	Potência de aquecimento de 1500 W	Potência de aquecimento de 2100 W		
com ig. ext.	690	818	-128	18,6
sem ig. ext.	683	827	-143	21,0

Na Tabela 6.22 são apresentados os resultados da determinação dos calores totais liberado, por unidade de massa, dos processos com e sem ignição externa, para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W e se verifica uma variação percentual de -3,1% e -2,7%, que indica a independência do calor total liberado com a potência de aquecimento. Das quatro medidas realizadas pode-se estimar o calor total liberado como  $3,14 \times 10^7 \text{ J/Kg}$ .

Tabela 6.22 - Resultados dos calores totais liberado do *LHNA 02/SC*, para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W, com e sem ignição externa.

Centelhador	Calor total liberado (MJ/kg)		Média (MJ/kg)	Desvio em relação a 1500 W (%)
	Potência de aquecimento de 1500 W	Potência de aquecimento de 2100 W		
com ig. ext.	32,102	31,110	31,606	-3,1
sem ig. ext.	31,662	30,799	31,230	-2,7

O calor de combustão declarado pelo Laboratório de Compósitos do *DCTA/IAE*, para o *HTPB* puro, é de  $4,39 \times 10^7$  J/Kg. De fato, o desvio de -28,5% é muito elevado, mas deve-se considerar que o *LHNA 02/SC* passou por processos de transformação pela presença de agente de cura, aceleradores e plastificante.

Da Figura 6.68 e Figura 6.69, verifica-se que as variações dos máximos e mínimos das frações molares do  $O_2$ ,  $CO_2$  e  $CO$ , para potência de aquecimento de 2100 W com respeito a 1500 W e sem ignição externa são de +4,6%, +2,7% e +11,1%. Embora a variação percentual do  $CO$  seja relativamente maior que as de  $O_2$  e  $CO_2$  a sua ordem de grandeza conduz a uma baixa variação na *HRR*. Caso o  $CO$  não fosse medido a variação do pico na taxa de liberação de calor seria de 1,1% para potência de aquecimento de 1500 W e 1,4% para potência de aquecimento de 2100 W, sem ignição externa.

Os perfis das frações molares de  $NO_x$  e *UHC*, Figura 6.70 e Figura 6.71, também se mostram praticamente simétricos. O *UHC* apresentou curva similar as da *HRR* e  $-(dm/dt)/A$ , ou seja, com um pico no centro da curva, que lhe confere, portanto, a maior formação destes gases em aproximadamente a metade da sua queima.

A razão entre os picos de *UHC* e *NO<sub>x</sub>*, para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W e sem ignição externa, são praticamente iguais, 5,8 e 5,7. Da somatória das frações molares de *NO<sub>x</sub>* e *UHC*, conforme Tabela 6.23, verifica-se que a formação de *UHC* é em média 5 vezes maior que o *NO<sub>x</sub>*, para ambas as potências de aquecimento, compatível com a razão dos referidos picos.

Tabela 6.23 - Resultados dos valores totais das frações molares de *NO<sub>x</sub>* e *UHC*, para potências de aquecimento de 1500 W 2100 W e sem ignição externa.

Potência de aquecimento (W)	Frações molares totais (ppm)		Diferença (ppm)	<i>UHC/NO<sub>x</sub></i>
	<i>NO<sub>x</sub></i>	<i>UHC</i>		
1500	4611	24343	-19733	5,3
2100	4885	24277	-19392	5,0

O efeito do aumento da concentração de *NO<sub>x</sub>* com o temperatura ocorre com um incremento baixo, em torno de 6,0%.

No caso da concentração de *UHC*, ao se variar a potência de aquecimento de 1500 W para 2100 W, há uma diminuição da fração molar conforme esperado, mas com um desvio de somente -0,3%. Aparentemente o efeito da potência de aquecimento tem pouca interferência na formação de *UHC*.

Da Figura 6.72 e da Figura 6.73, verifica-se também que a vazão volumétrica se encontra compreendida na faixa de 0,012 a 0,035 m<sup>3</sup>/s, conforme prevista na ASTM E 1354-03 (2003).



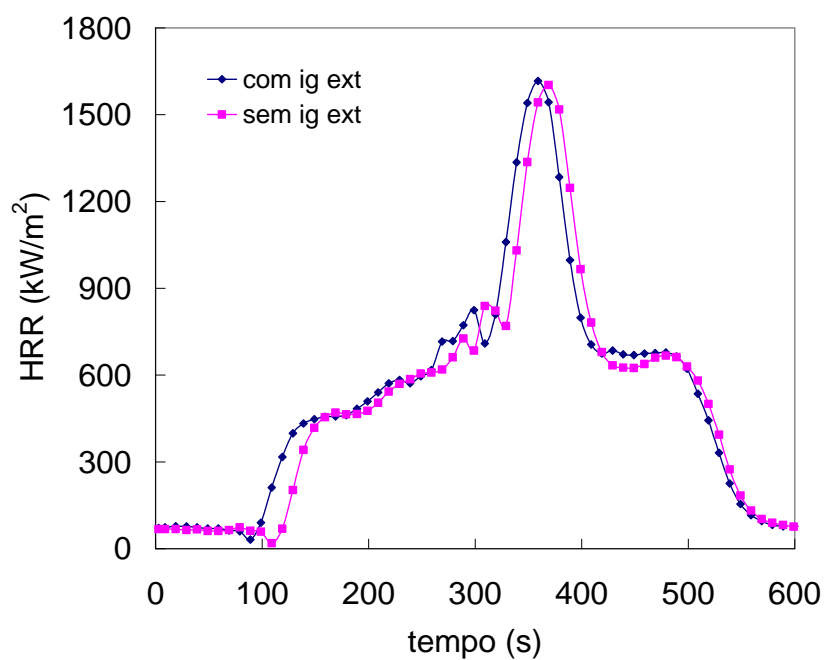


Figura 6.62 - Taxa de liberação de calor,  $HRR$ , durante a combustão do  $LHNA\ 02/SC$ , com potência de aquecimento de  $1500\ W$ , com e sem ignição externa.

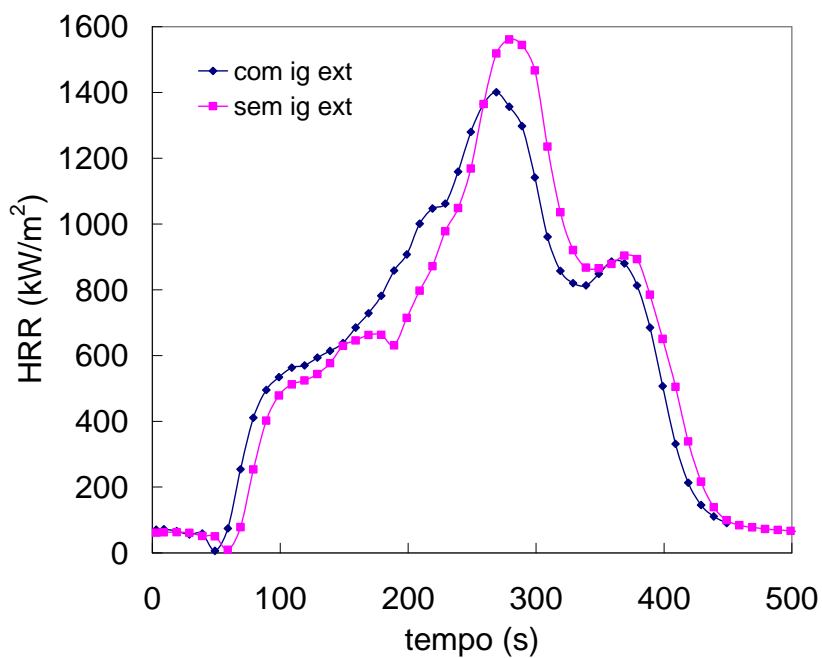


Figura 6.63 - Taxa de liberação de calor,  $HRR$ , durante a combustão do  $LHNA\ 02/SC$ , com potência de aquecimento de  $2100\ W$ , com e sem ignição externa.

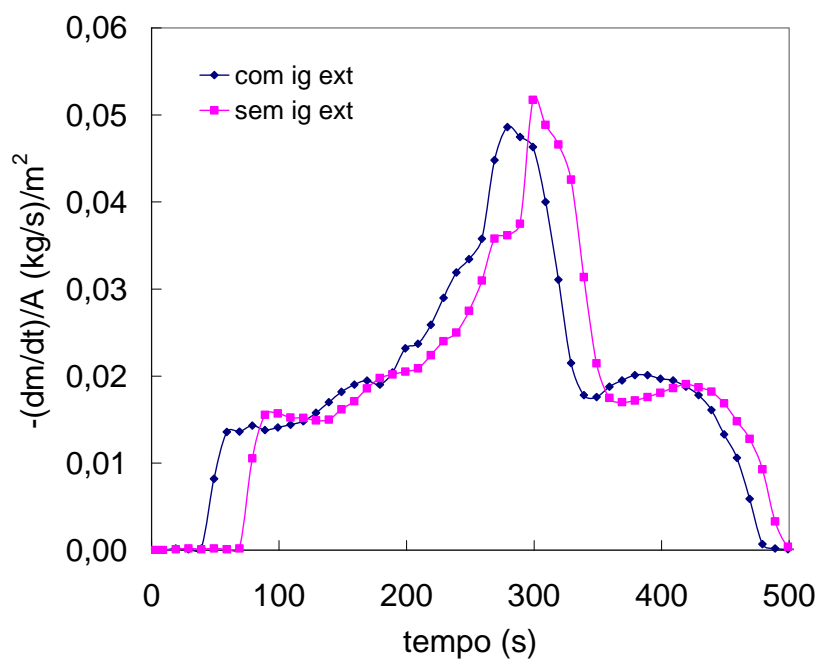


Figura 6.64 - Taxa de consumo de massa durante a combustão do *LHNA 02/SC*, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

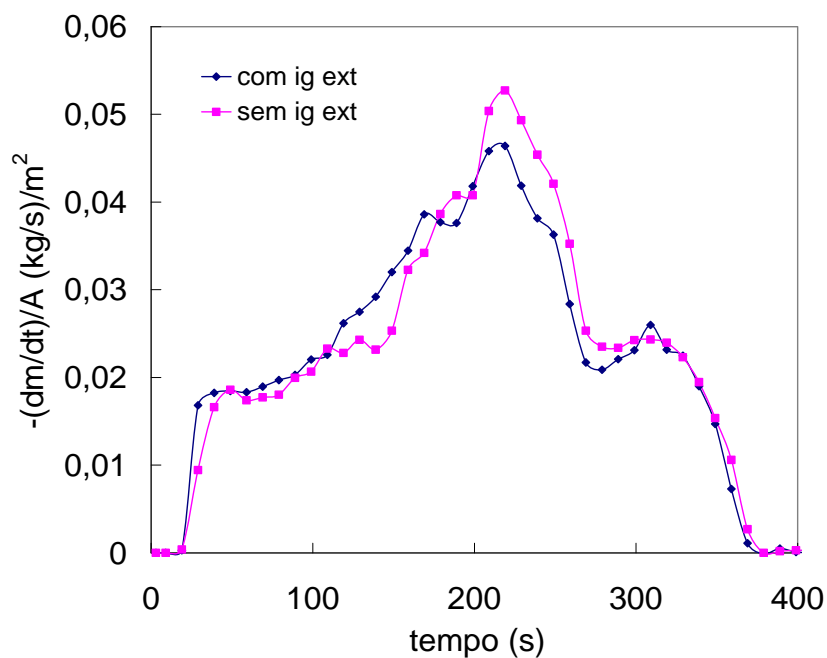


Figura 6.65 - Taxa de consumo de massa durante a combustão do *LHNA 02/SC*, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

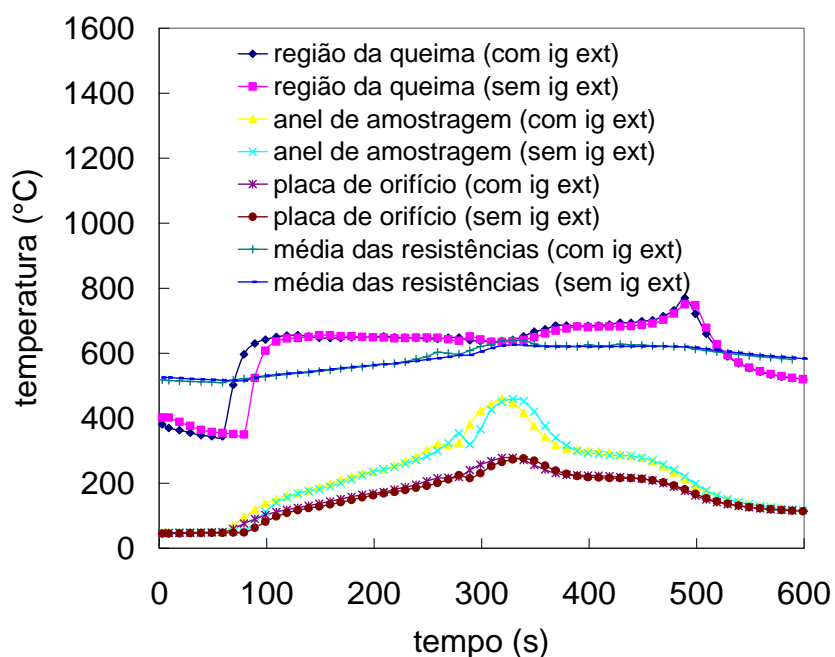


Figura 6.66 - Temperaturas durante a combustão do *LHNA 02/SC*, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

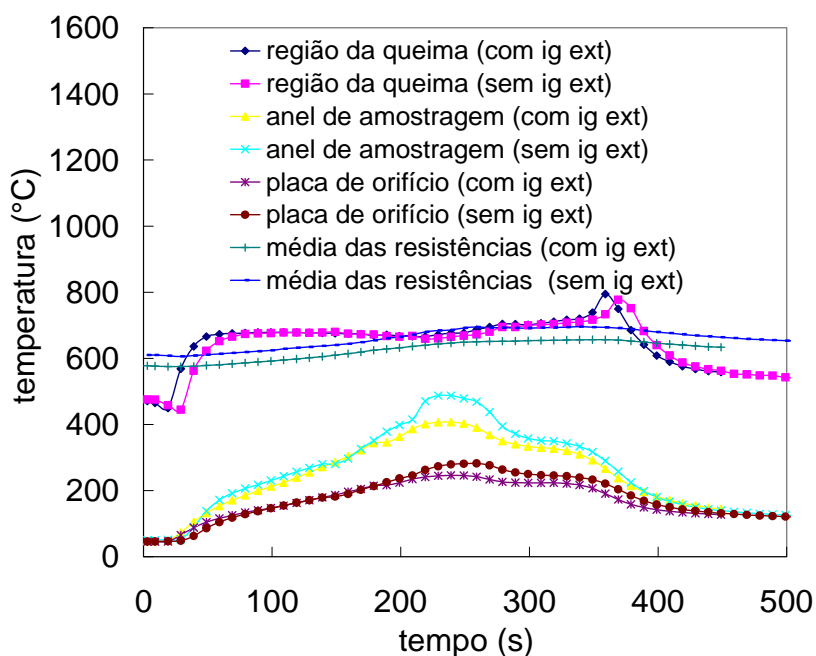


Figura 6.67 - Temperaturas durante a combustão do *LHNA 02/SC*, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

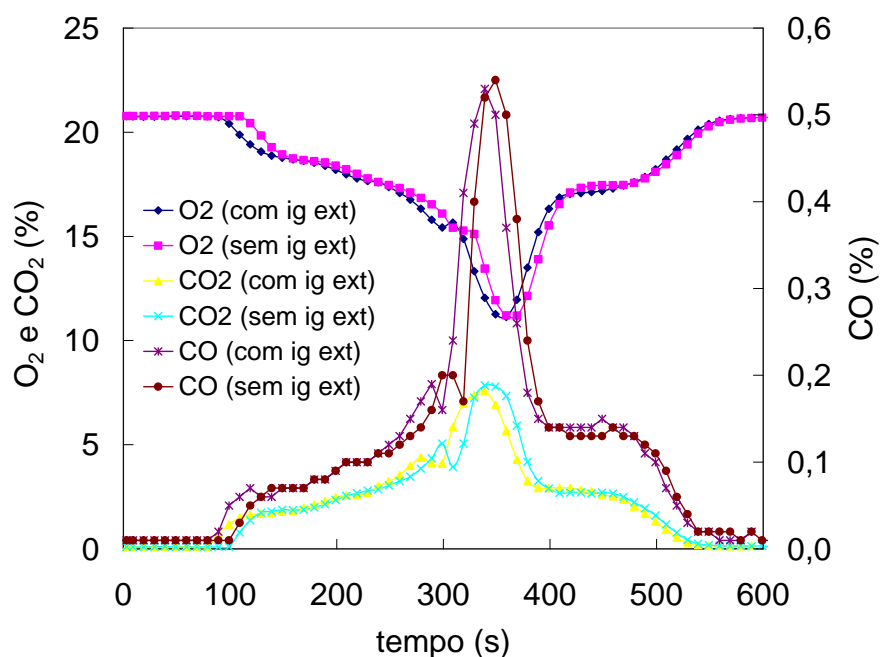


Figura 6.68 - Frações molares de  $O_2$ ,  $CO_2$  e  $CO$  durante a combustão do LHNA 02/SC, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

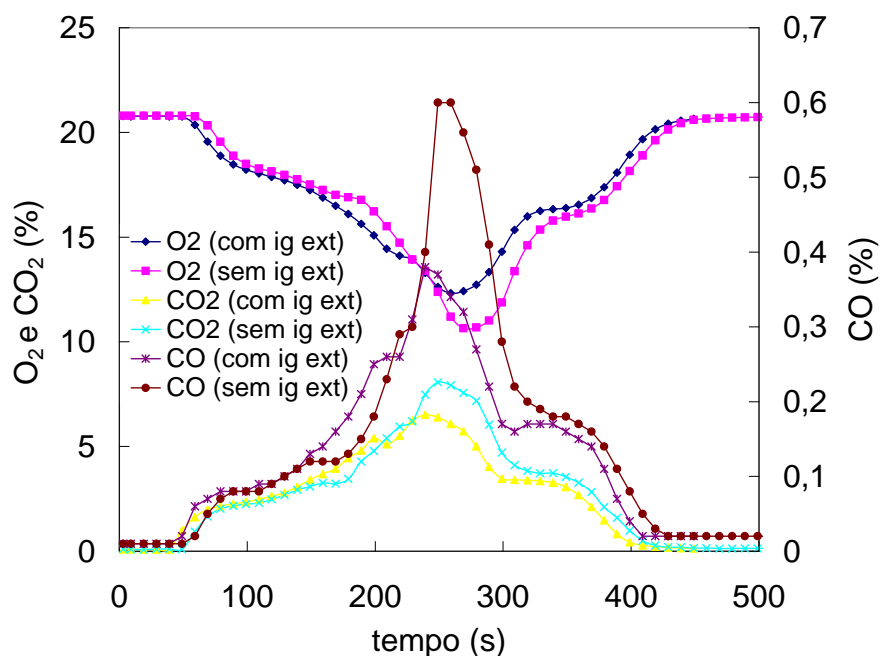


Figura 6.69 - Frações molares de  $O_2$ ,  $CO_2$  e  $CO$  durante a combustão do LHNA 02/SC, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

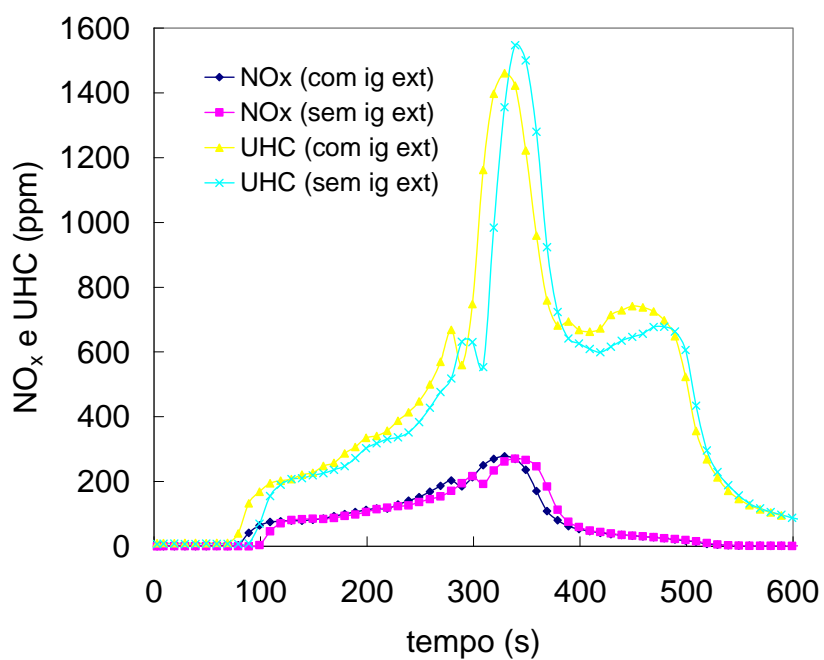


Figura 6.70 - Frações molares de  $UHC$  e  $NO_x$  durante a combustão do  $LHNA$  02/SC, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

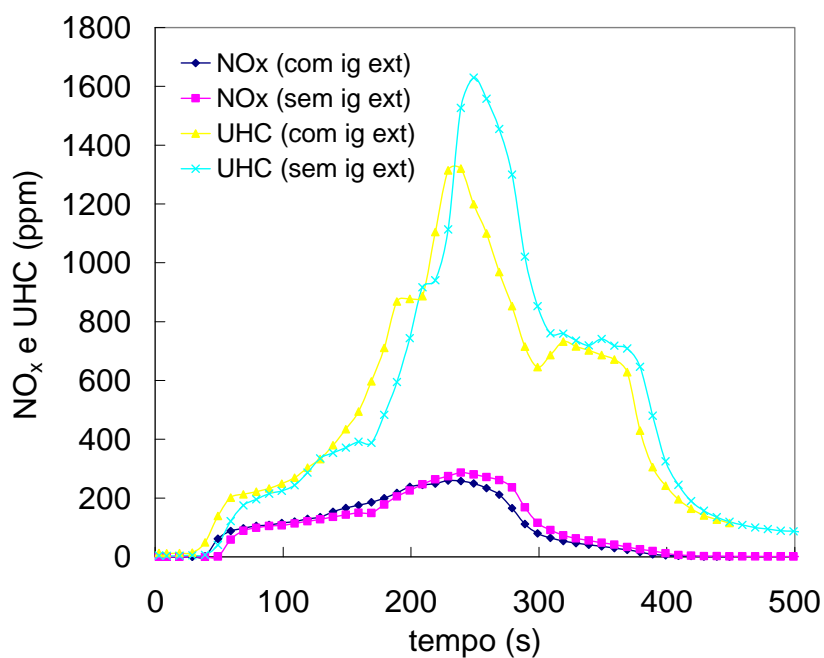


Figura 6.71 - Frações molares de  $UHC$  e  $NO_x$  durante a combustão do  $LHNA$  02/SC, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

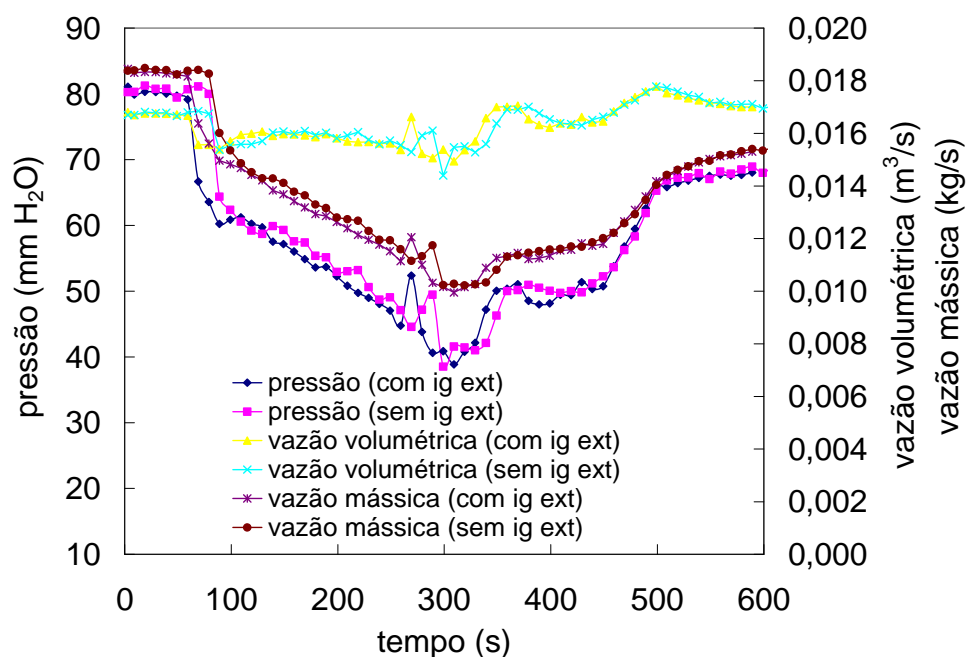


Figura 6.72 - Pressão, vazão volumétrica e vazão mássica durante a combustão do LHNA 02/SC, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa

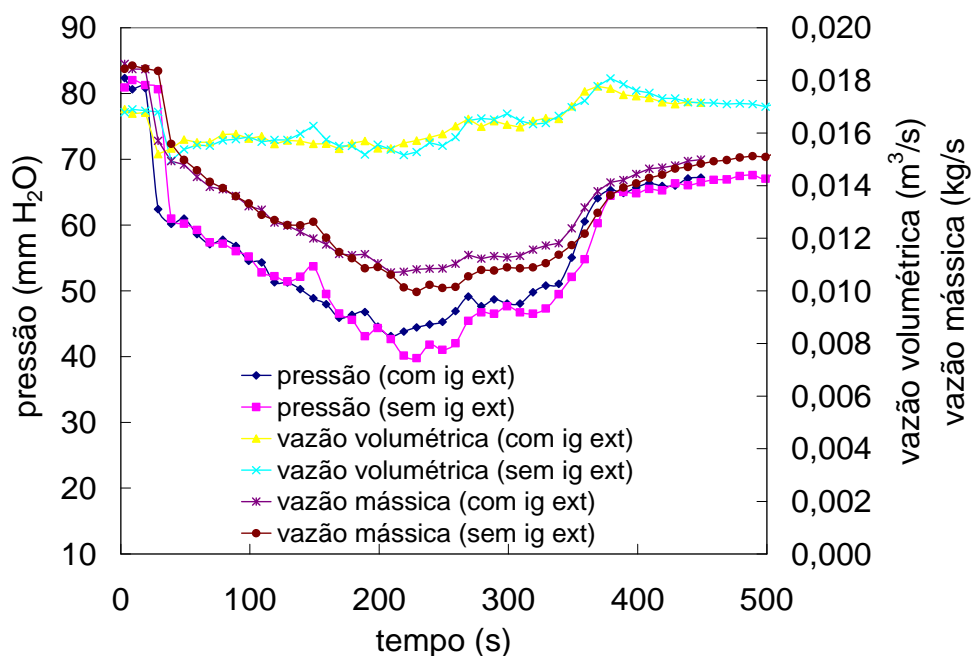


Figura 6.73 - Pressão, vazão volumétrica e vazão mássica durante a combustão do LHNA 02/SC, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

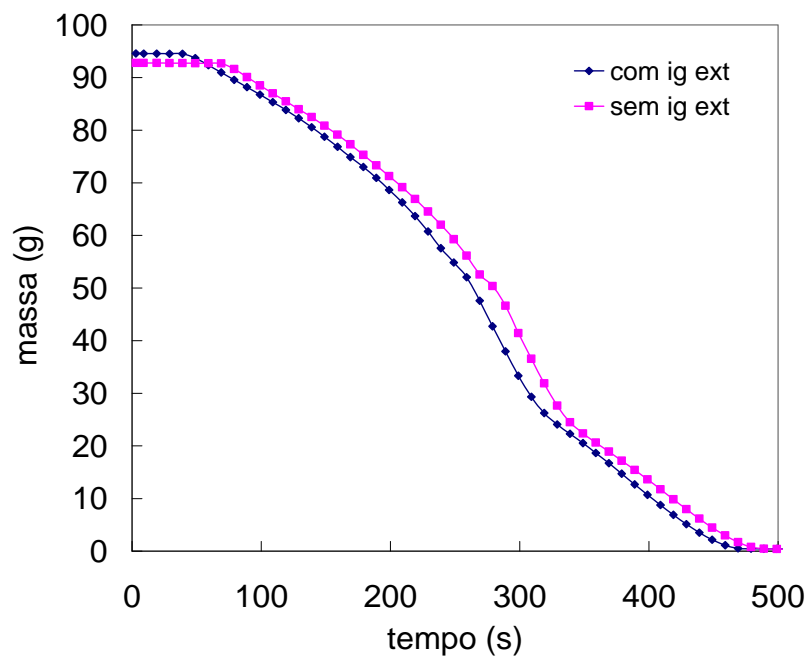


Figura 6.74 - Evolução de massa durante a combustão do *LHNA 02/SC*, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

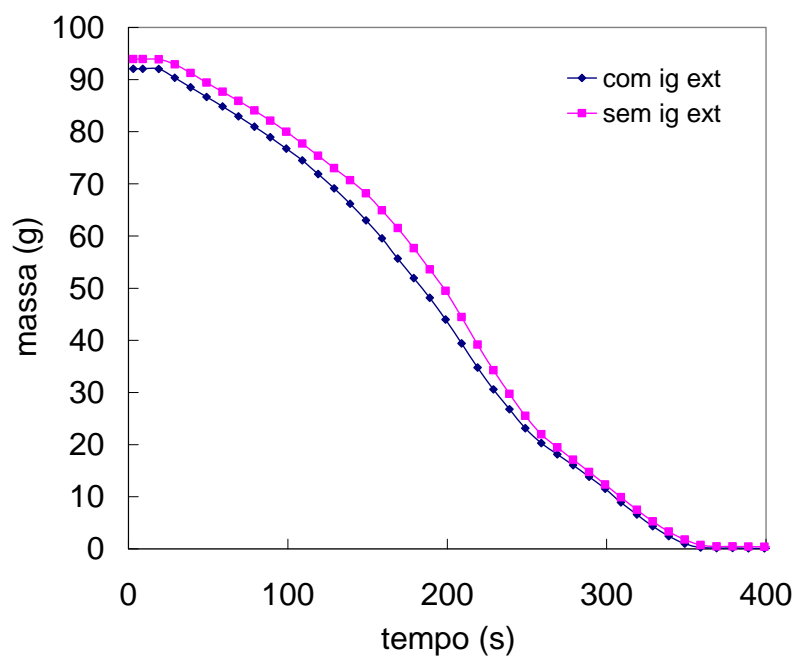


Figura 6.75 - Evolução de massa durante a combustão do *LHNA 02/SC*, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

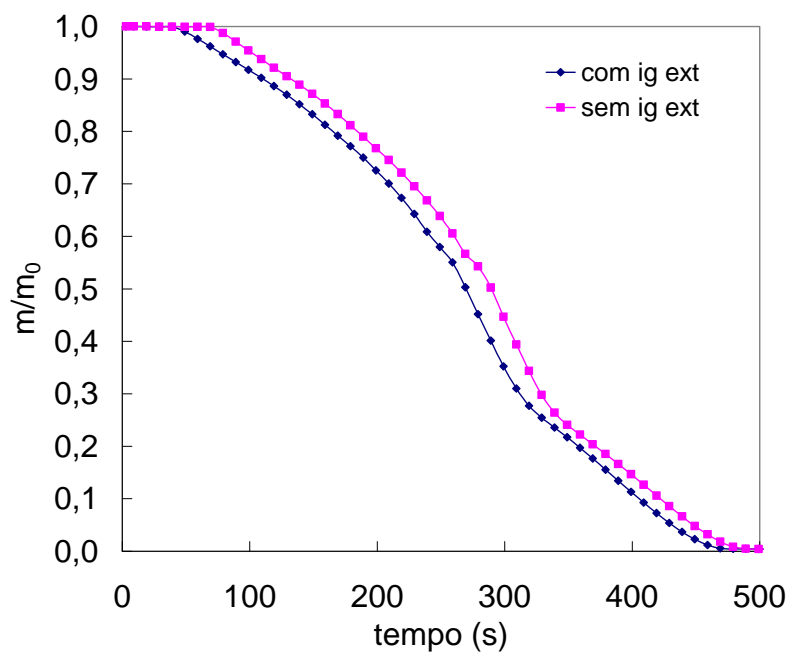


Figura 6.76 - Evolução de massa normalizada durante a combustão do *LHNA 02/SC*, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

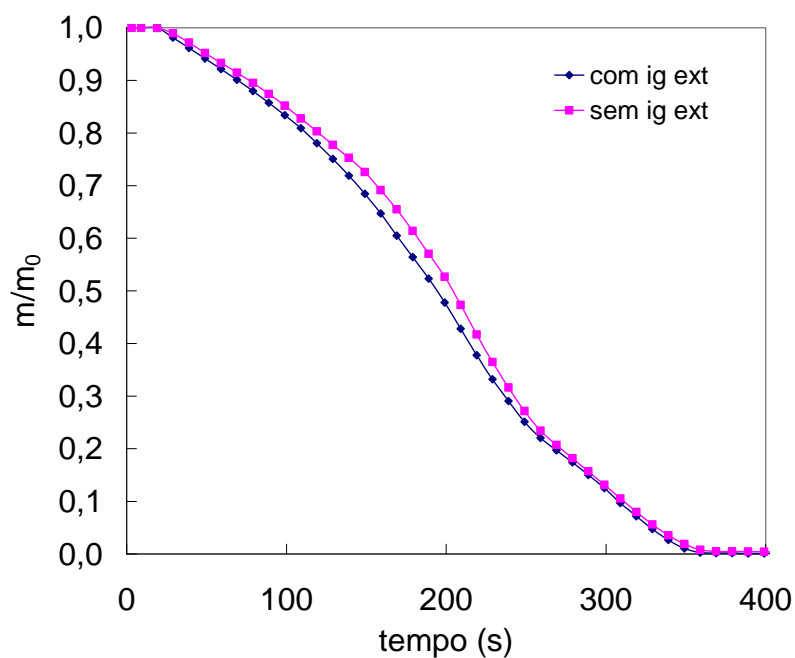


Figura 6.77 - Evolução de massa normalizada durante a combustão do *LHNA 02/SC*, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.



## **6.6 Análise comparativa das proteções térmicas, com potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W e sem ignição externa**

### **6.6.1 Considerações preliminares**

Nesta seção são apresentados, conforme mostrado da Figura 6.79 até a Figura 6.94, os resultados comparativos das características de inflamabilidade, para potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa, dos derivados do *HTPB*: *LHNA 02/SC*, *LHNA 02*, *PTDT* e *PTDT/S-AM*.

Os dados do *LHNA 02/SC* foram retirados da seção anterior, Figura 6.62 a Figura 6.77. Dados do *LHNA 02*, *PTDT* e *PTDT/S-AM* foram extraídos das Figuras G.49 a G.96, do Apêndice G.

Da Tabela 6.24 até a Tabela 6.30 são apresentados os resultados como percentagens constituintes de cada composto, as medidas das taxas de liberação de calor média e do calor total liberado, para processos de combustão, com e sem chama, com potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W e sem ignição externa.

Na Tabela 6.31 são apresentados os valores máximos e mínimos, os tempos característicos e, suas classificações em ordem decrescente para os valores de máximos (picos) e crescente para os valores de mínimos das principais grandezas analisadas, para potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa.

Na Tabela 6.32 até a Tabela 6.35, são apresentados os resultados dos valores de máximos e mínimos e os tempos característicos das principais grandezas analisadas, para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W e sem ignição externa.

Da Tabela 6.36 até a Tabela 6.40 são apresentados os resultados comparativos da soma das frações molares do  $O_2$ ,  $CO_2$ ,  $CO$ ,  $NO_x$  e  $UHC$ , para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W e sem ignição externa.

### 6.6.2 Análise geral dos resultados

Na Tabela 6.24 são apresentadas as quantidades percentuais dos materiais derivados do *HTPB*. Observa-se que a somatória das quantidades percentuais difere de 100% em -0,09%, +0,36%, +0,18% e -0,02%, respectivamente, para *LHNA 02/SC*, *LHNA 02*, *PTDT* e *PTDT/S-AM*. Provavelmente, as divergências ocorram devido a limitações nos processo de fabricação.

O agente de cura, plastificante e acelerador são denominados aditivos líquidos e o amianto em pó, negro de fumo e pó de quartzo, aditivos sólidos.

Tabela 6.24 - Valores percentuais dos componentes das proteções térmicas.

Material	Componentes (%)						
	<i>HTPB</i>	plastificante	acelerador	agente de cura	amianto em pó	negro de fumo	pó de quartzo
<i>LHNA 02/SC</i>	91,10	1,50	0,01	7,30	-	-	-
<i>LHNA 02</i>	82,50	1,35	0,01	6,60	7,20	2,70	-
<i>PTDT</i>	63,42	1,35	0,01	5,40	7,30	2,70	20,0
<i>PTDT/S-AM</i>	63,42	1,34	0,01	5,40	-	2,71	27,10

O *LHNA 02/SC* foi processado como material de referência. Conforme apresentado na Tabela 6.24, os aditivos diferenciadores com respeito ao material de referência são:

- a) amianto em pó e o negro de fumo, no *LHNA 02*;

b) amianto em pó, negro de fumo e pó de quartzo, no *PTDT*; e

c) negro de fumo e pó de quartzo, no *PTDT/S-AM*.

Na Tabela 6.25, a massa dos compostos, são apresentados os valores das massas iniciais e remanescentes de cada composto. Na Figura 6.79 é apresentada a evolução das massas.

Tabela 6.25 - Massas iniciais e remanescentes dos materiais derivados de *HTPB*, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa.

Material	Massas dos compostos (g)				
	Inicial			Remanescente	
	<i>HTPB</i> e aditivos líquidos	Aditivos sólidos	Total	na extinção da chama	2' após o término da chama
<i>LHNA 02/SC</i>	93,8	0,0	93,8	0,0	0,0
<i>LHNA 02</i>	89,8	9,8	99,6	10,9	9,7
<i>PTDT</i>	81,3	34,7	116,0	38,8	35,7
<i>PTDT/S-AM</i>	82,2	34,9	117,1	36,0	34,7

Na Figura 6.78 tem-se uma visão das massas remanescentes após ensaios com *LHNA 02* (a), *PTDT* (b) e *PTDT/S-AM* (c).

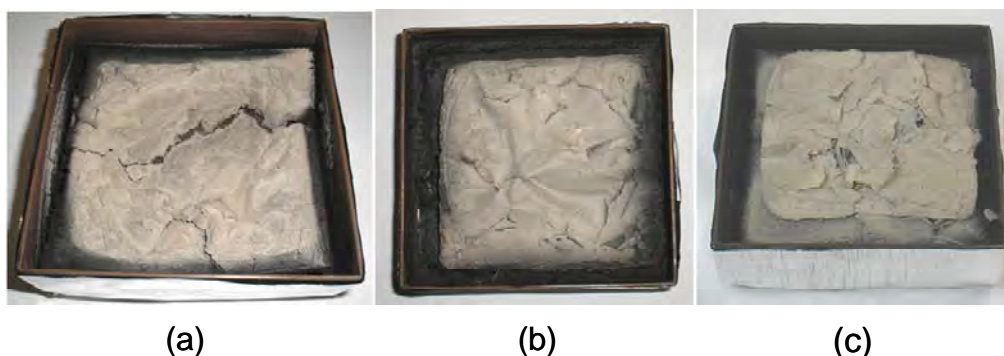


Figura 6.78 - Massas remanescentes de amostras derivadas de *HTPB*. *LHNA 02* (a), *PTDT* (b) e *PTDT/S-AM* (c).

Embora o *LHNA 02/SC* e o *LHNA 02* possuam as menores massas totais do grupo das proteções térmicas, apresentam as maiores percentagens iniciais de *HTPB*, 91,1% e 82,5%, respectivamente.

No caso do *LHNA 02/SC*, todo o material é consumido conforme descrito na seção 6.5.

O término da chama ocorre pelo fato de não haver mais material inflamável suficiente e os mecanismos de retroalimentação térmica se extinguem. A ASTM E 1354-03 (2003, p.10), prevê o término do ensaio 2 minutos após a extinção da chama.

Fato que ratifica a limitação dos ensaios até 2 minutos após a extinção da chama é a comparação entre os resultados da *HRR*, Figura 6.79, com a Figura 6.80 até a Figura 6.82, de consumo de  $O_2$  e formações de  $CO_2$  e  $CO$ , em que se verifica o término de variação dessas grandezas, 2 minutos após a extinção da chama.

Excetuando-se o caso do *LHNA 02/SC*, observa-se que a massa remanescente no momento da extinção da chama é superior à somatória das massas iniciais dos aditivos sólidos (amianto em pó, negro de fumo e pó de quartzo), indicando a presença de *HTPB* ou de aditivos líquidos, ou de ambos, e será denominado combustível remanescente.

As massas remanescentes, 2 minutos após a extinção da chama, são sensivelmente menores que as massas iniciais dos aditivos sólidos indicando que houve perda de uma parcela de aditivo sólido durante a combustão. A exceção se faz com o *PTDT* que apresentou massa remanescente superior a massa dos aditivos sólidos.

Na Figura 6.79 verifica-se que os picos da taxa de liberação de calor seguem a seguinte ordem decrescente: *LHNA 02/SC*, *LHNA 02*, *PTDT/S-AM* e *PTDT*. A mesma ordem se mantém para a taxa de consumo de massa, conforme apresentado na Figura 6.83, onde se conclui que o *PTDT/S-AM* e o *PTDT* são os materiais mais adequados para aplicações como proteções térmicas.

Na Tabela 6.26 são apresentados os valores de pico da *HRR* para potências de aquecimento de 1500 *W* e 2100 *W* e sem ignição externa. Considerando-se as incertezas expandidas de cada material, descritas na Tabela 4.3, verifica-se que a menor delas corresponde ao *PTDT/S-AM*, para potência de aquecimento de 2100 *W*, com ignição externa, e corresponde a 185  $\text{kW/m}^2$ . Portanto, é fácil verificar que as diferenças entre os picos de todas as curvas estão contidas no referido intervalo de incerteza. Os picos das taxas de liberação de calor de cada composto, para as potências de aquecimento supracitadas tendem a ser os mesmos. Além disso, da Tabela 6.27 pode-se verificar que a taxa de liberação de calor média do *PTDT/S-AM* e o *PTDT* são similares. Conclui-se então que tanto o *PTDT/S-AM* quanto o *PTDT* podem ser utilizados de forma indistinta como proteções térmicas de motores foguetes

Tabela 6.26 - Comparação dos picos das taxas de liberação de calor das proteções térmicas, para potências de aquecimento de 1500 *W* 2100 *W* e sem ignição externa.

Material	Pico da taxa de liberação de calor ( $\text{kW/m}^2$ )		Diferença ( $\text{kW/m}^2$ )	Desvio em relação a 1500 <i>W</i> (%)
	Potência de aquecimento de 1500 <i>W</i>	Potência de aquecimento de 2100 <i>W</i>		
<i>LHNA 02/SC</i>	1603	1561	42	-2,6
<i>LHNA 02</i>	1064	1085	-21	2,0
<i>PTDT</i>	832	750	82	-9,9
<i>PTDT/S-AM</i>	812	822	-10	1,2

Na Tabela 6.27 e Tabela 6.28, são apresentados, respectivamente, os resultados das taxas de liberação de calor média, para processos de combustão com chama e sem chama, para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W e sem ignição externa.

Alguns aspectos a serem considerados:

- a) os tempos totais de queima, com chama, para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W são, respectivamente, iguais a: (430/350) s (*LHNA 02/SC*), (500/480) s (*LHNA 02*), (480/520) s (*PTDT*) e (550/560) s (*PTDT/S-AM*);
- b) da comparação da Figura 6.62 a Figura 6.63, pode-se verificar que a curva da *HRR* do *LHNA 02/SC*, sem ignição externa, para potência de aquecimento de 2100 W envolve a curva para potência de aquecimento de 1500 W; e
- c) para o *LHNA 02*, *PTDT* e *PTDT/S-AM*, verifica-se que a *HRR* apenas é antecipada para potência de aquecimento de 2100 W.

Os tempos de queima e os picos da taxa de liberação de calor não são significativos na avaliação da taxa de liberação de calor média, pois no caso do *LHNA 02/SC*, o pico e o tempo total de queima com chama para potência de aquecimento de 2100 W são inferiores em relação à potência de aquecimento de 1500 W, o que implicaria numa taxa de liberação de calor média menor. Entretanto, pela Tabela 6.27, verifica-se o contrário, ou seja, a taxa de liberação de calor média é maior para potência de aquecimento de 2100 W, em decorrência da alínea b.

Conforme já descrito na seção anterior, a presença do agente de cura promove aos materiais ligações cruzadas que são difíceis de serem quebradas. Ao se incidir um fluxo de calor externo sobre a amostra ocorre a quebra das cadeias de cima para baixo do material, com a formação de material pirolisável, em

quantidade tanto maior quanto maior forem as potências de aquecimento, conduzindo a curvas da taxa de liberação de calor com maiores área e, portanto, maiores taxas de liberação de calor média.

Ainda da Tabela 6.27, verifica-se para os demais materiais que as taxas de liberação de calor média são similares e as diferenças entre elas pouco significativa.

Nesses casos, a presença dos materiais refratários, como amianto e pó de quartzo, dificultam a passagem de calor através da amostra. Os materiais pirolisáveis disponíveis são menores que no caso do *LHNA 02/SC*, que implica numa diminuição do pico da taxa de liberação de calor e áreas da *HRR* para potência de aquecimento de 1500 W similares com respeito a potência de aquecimento de 2100 W.

Tabela 6.27 - Resultados das taxas de liberação de calor média das proteções térmicas, com chama, para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W e sem ignição externa.

Material	Taxa de liberação de calor média ( $kW/m^2$ ) (com chama)		Diferença ( $kW/m^2$ )	Desvio em relação a 1500 W (%)
	Potência de aquecimento de 1500 W	Potência de aquecimento de 2100 W		
<i>LHNA 02/SC</i>	683	827	-144	21,0
<i>LHNA 02</i>	588	577	11	-1,9
<i>PTDT</i>	494	464	30	-6,0
<i>PTDT/S-AM</i>	473	467	6	-1,4

Na Tabela 6.28, da medida da taxa de liberação de calor média, na região de queima sem chama, no intervalo de 2 minutos, para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W e sem ignição externa, verifica-se que os desvios aumentam consideravelmente.

Ao se considerar a queima sem chama, no intervalo de 1 minuto, verifica-se que os desvios passam a ser: -30,2% (*LHNA 02*), -1,2% (*PTDT*) e -28,5 (*PTDT/S-AM*). É verificado também que para o tempo de 1 minuto há um aumento da taxa de liberação de calor média para as potências de 1500 *W* e 2100 *W*, pelo fato do tempo de medição considerado ser menor e a curva da *HRR* nesta região diminuir de forma praticamente exponencial.

Tabela 6.28 - Resultados das taxas de liberação de calor média das proteções térmicas, sem chama, no intervalo de 2 minutos, para potências de aquecimento de 1500 *W* e 2100 *W* e sem ignição externa.

Material	Taxa de liberação de calor média ( $\text{kW/m}^2$ ) (sem chama)		Diferença ( $\text{kW/m}^2$ )	Desvio em relação a 1500 <i>W</i> (%)
	Potência de aquecimento de 1500 <i>W</i>	Potência de aquecimento de 2100 <i>W</i>		
<i>LHNA 02/SC</i>	-	-	-	-
<i>LHNA 02</i>	126	101	25	-19,4
<i>PTDT</i>	179	168	11	-6,4
<i>PTDT/S-AM</i>	162	110	52	-31,7

Na Tabela 6.29 são apresentados os resultados dos calores totais liberado das proteções térmicas, com chama, para as potências de aquecimento de 1500 *W* e 2100 *W* e sem ignição externa.

Os resultados dos processos de combustão com chama indicam valores médios do calor total liberado, em *MJ/kg* de: 31,230 (*LHNA 02/SC*), 32,265 (*LHNA 02*), 31,541 (*PTDT*) e 32,862 (*PTDT/S-AM*). Verifica-se que os desvios em relação à potência de aquecimento de 1500 *W* são poucos significativos, que indica a independência do calor total liberado com o fluxo de calor incidente.



Tabela 6.29 - Resultados dos calores totais liberado das proteções térmicas, com chama, para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W e sem ignição externa.

Material	Calor total liberado (MJ/kg) (com chama)		Média (MJ/kg)	Desvio em relação a 1500 W (%)
	Potência de aquecimento de 1500 W	Potência de aquecimento de 2100 W		
<i>LHNA 02/SC</i>	31,661	30,798	31,230	-2,7
<i>LHNA 02</i>	33,234	31,295	32,265	-5,8
<i>PTDT</i>	31,723	31,359	31,541	-1,1
<i>PTDT/S-AM</i>	33,471	32,253	32,862	-3,6

Na Tabela 6.30 são apresentados os resultados dos calores totais liberados das proteções térmicas, sem chama, no intervalo de 2 minutos, para as potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W, sem ignição externa.

Tabela 6.30 - Resultados dos calores totais liberado das proteções térmicas, sem chama, no intervalo de 2 minutos, para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W e sem ignição externa.

Material	Calor total liberado (MJ/kg) (sem chama)		Média (MJ/kg)	Desvio em relação a 1500 W (%)
	Potência de aquecimento de 1500 W	Potência de aquecimento de 1500 W		
<i>LHNA 02/SC</i>	-	-	-	-
<i>LHNA 02</i>	12,970	11,170	12,070	-13,9
<i>PTDT</i>	5,277	5,180	5,229	-1,8
<i>PTDT/S-AM</i>	5,364	3,674	4,519	-31,5

Os resultados dos processos de combustão sem chama indicam valores médios do calor total liberado, em MJ/kg de: 12,070 (*LHNA 02*), 5,229 (*PTDT*) e 4,519 (*PTDT/S-AM*).

Verifica-se que excetuando a amostra de *PTDT*, os resultados divergem consideravelmente. No caso do *PTDT S/AM* atingiu a ordem de 31%.

Ao se fazerem as medições dos calores totais liberados no processo de combustão sem chama, para potências de aquecimento de 1500 *W* e 2100 *W* e sem ignição externa, considerando 1 minuto após a extinção da chama, chega-se a variações de -25,4%, (*LHNA 02*), + 3,6 (*PTDT*) e -28,3 (*PTDT/S-AM*), indicando que o procedimento para determinação da quantidade de calor liberado não é adequado para a região de combustão sem chama, onde há pouca presença de combustível.

Da Tabela 6.39 verifica-se que a soma de  $NO_x$  é maior para potência de aquecimento de 2100 *W*. Entretanto, verifica-se que esta diferença é pouco significativa, e como caso extremo pode-se citar o *PTDT/S-AM*, que apresentou um desvio de 7,1% com respeito à potência de aquecimento de 1500 *W*.

No caso da soma de *UHC*, Tabela 6.40, não se pode afirmar que o aumento potência de aquecimento tenha contribuído na diminuição deste gás, pois se verifica resultados aleatórios para as potências de aquecimento de 1500 *W* e 2100 *W*. Pode-se notar que os desvios entre as referidas potências de aquecimento são pouco significativos e como caso limite pode-se citar o *PTDT*, com um desvio de 7,3% com respeito à potência de aquecimento de 1500 *W*.

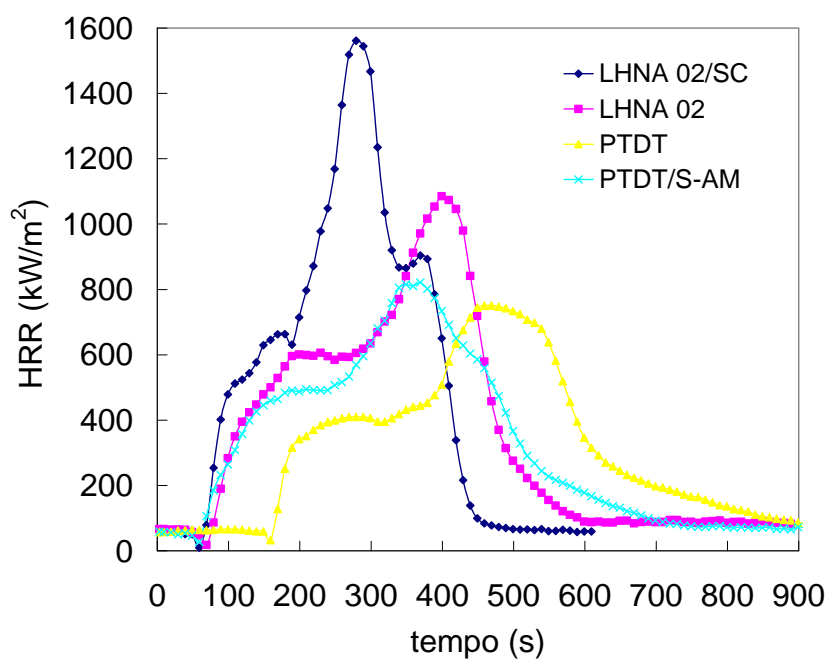


Figura 6.79 - Taxa de liberação de calor,  $HRR$ , durante a combustão das proteções térmicas, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa.

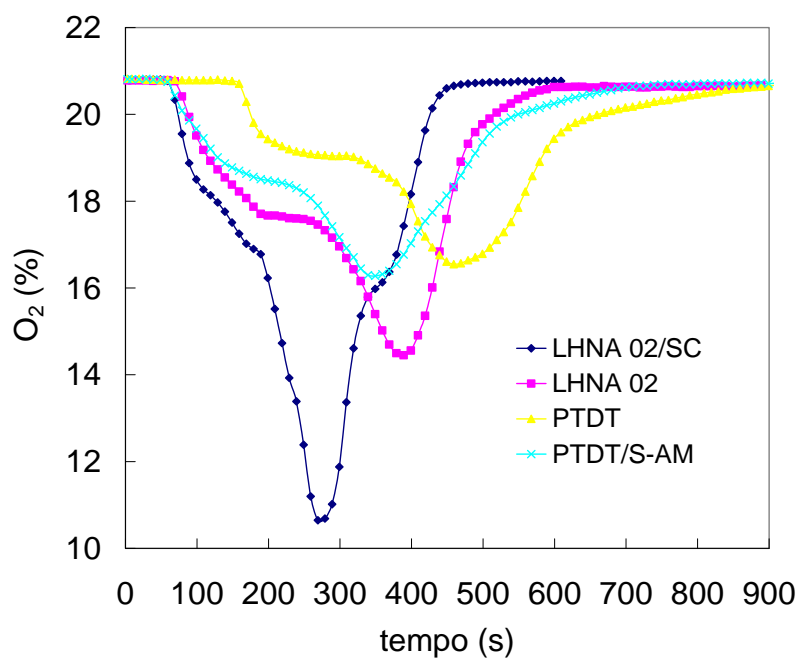


Figura 6.80 - Frações molares de  $O_2$  durante a combustão das proteções térmicas, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa.

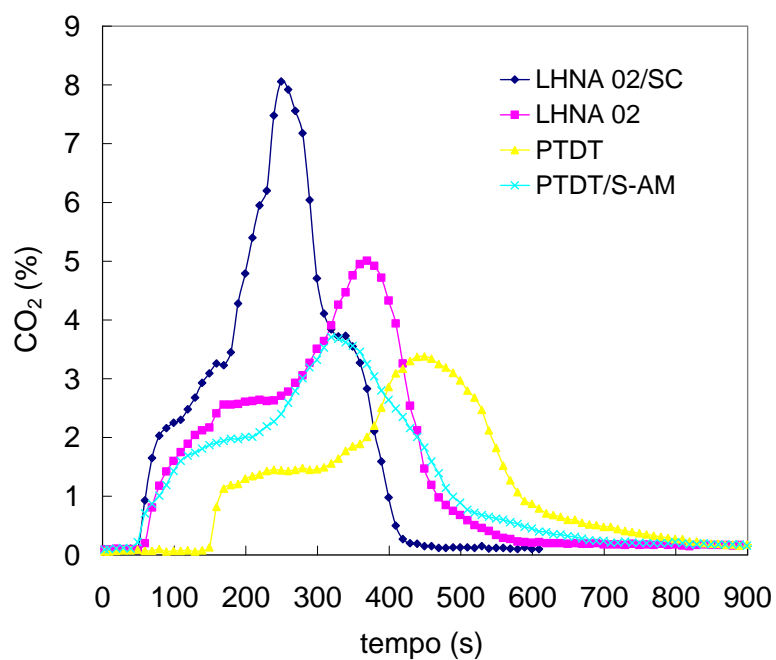


Figura 6.81 - Frações molares de  $\text{CO}_2$  durante a combustão das proteções térmicas, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa.

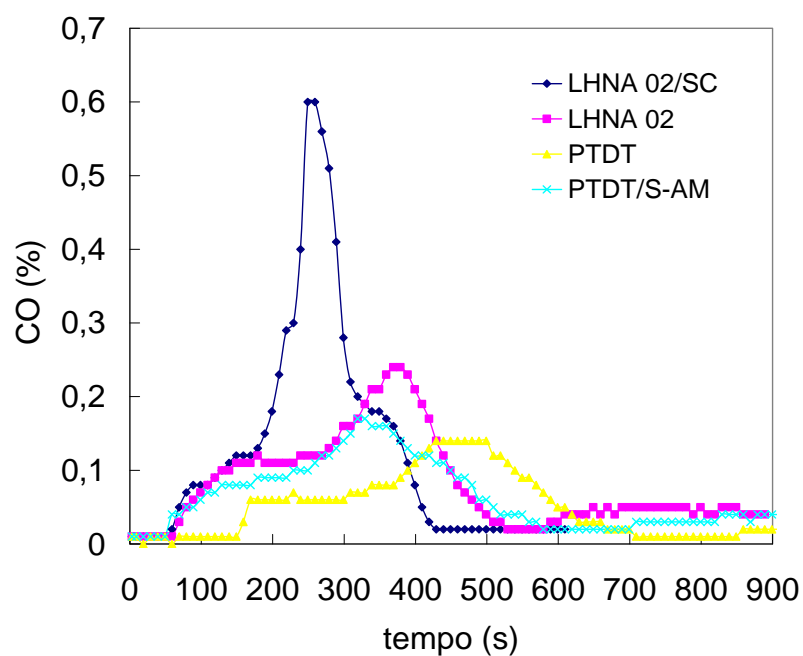


Figura 6.82 - Frações molares de CO durante a combustão das proteções térmicas, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa.

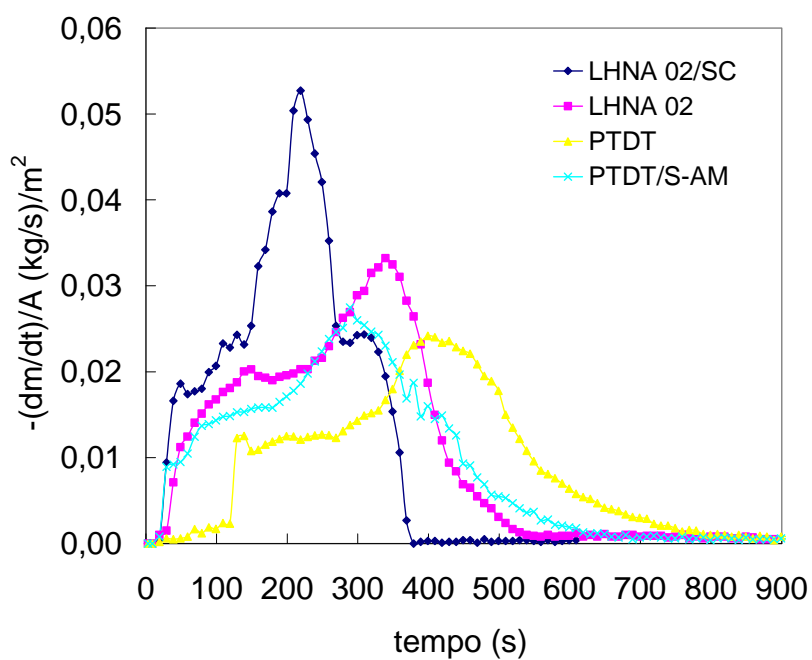


Figura 6.83 - Taxa de consumo de massa durante a combustão das proteções térmicas, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa.

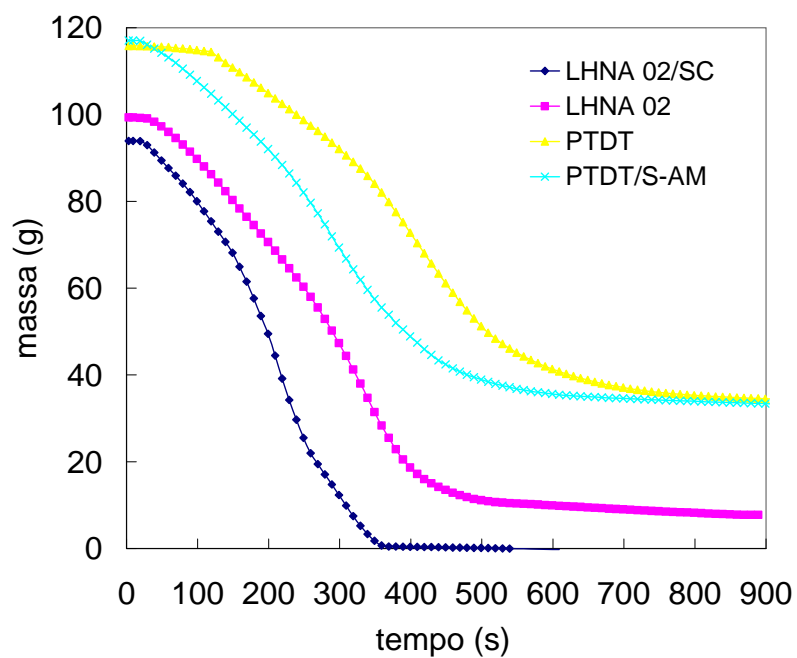


Figura 6.84 - Evolução de massa durante a combustão das proteções térmicas, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa.

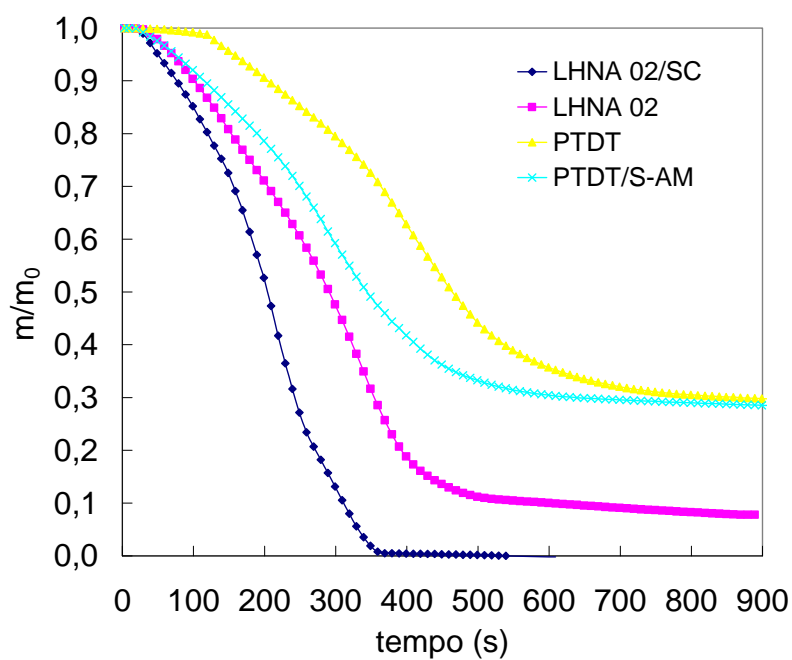


Figura 6.85 - Evolução de massa normalizada durante a combustão das proteções térmicas, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa.

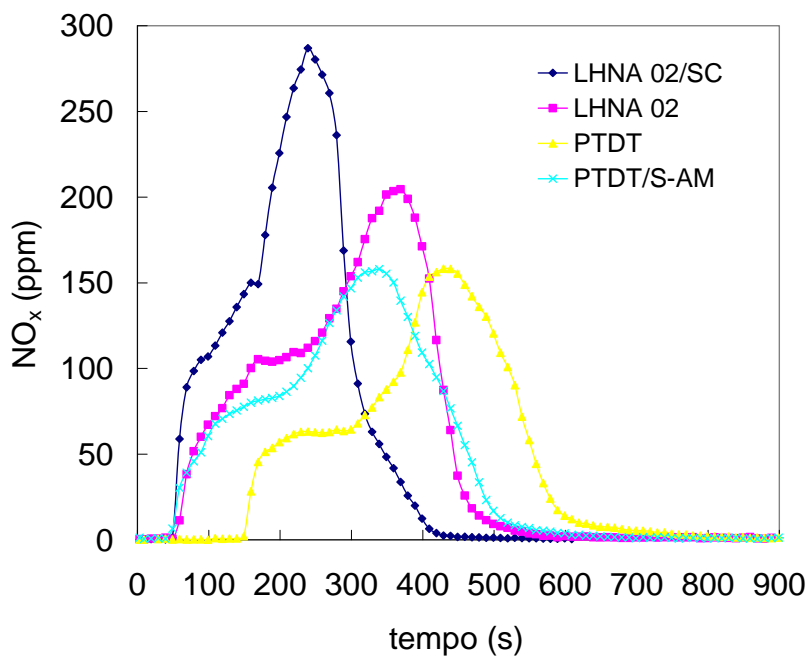


Figura 6.86 - Frações molares de  $NO_x$  durante a combustão das proteções térmicas, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa.

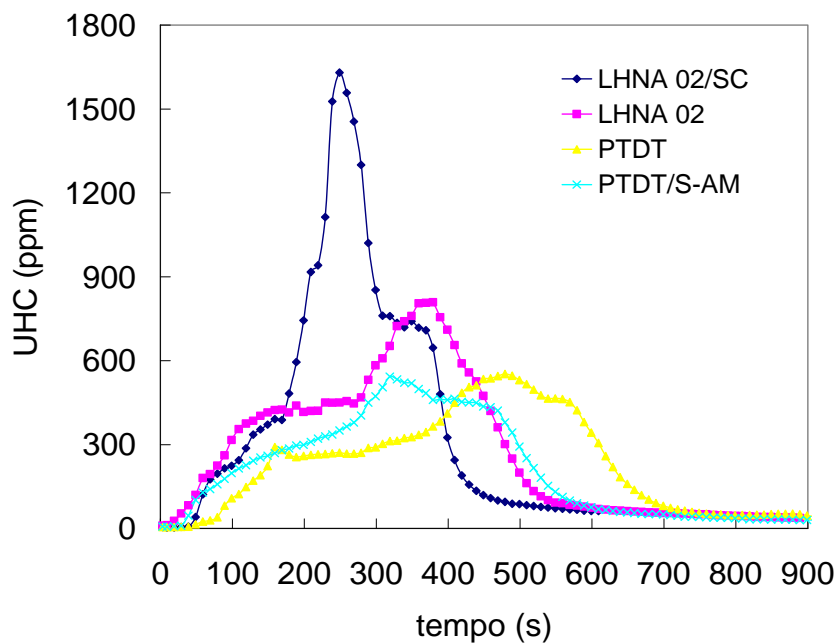


Figura 6.87 - Frações molares de *UHC* durante a combustão das proteções térmicas, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa.

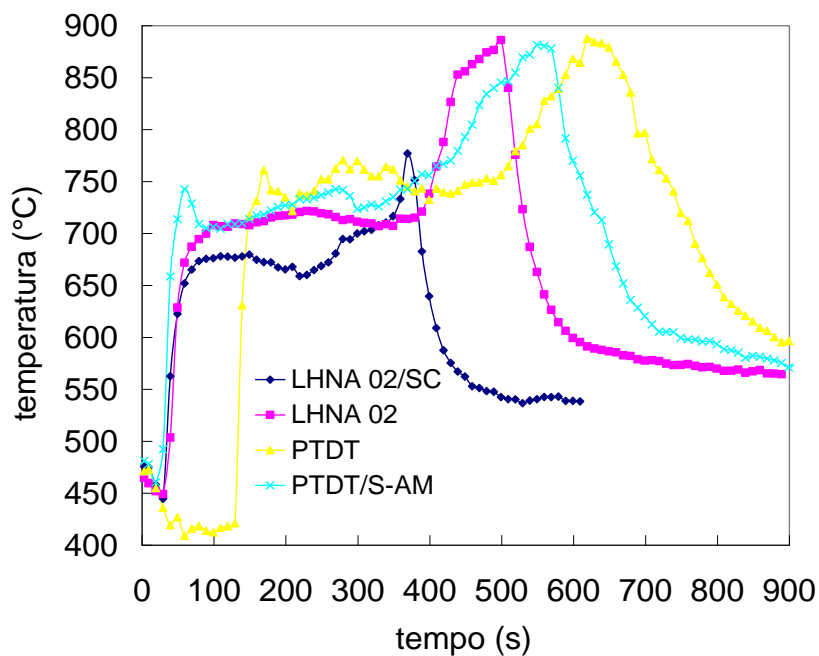


Figura 6.88 - Temperatura da região de queima durante a combustão das proteções térmicas, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa.

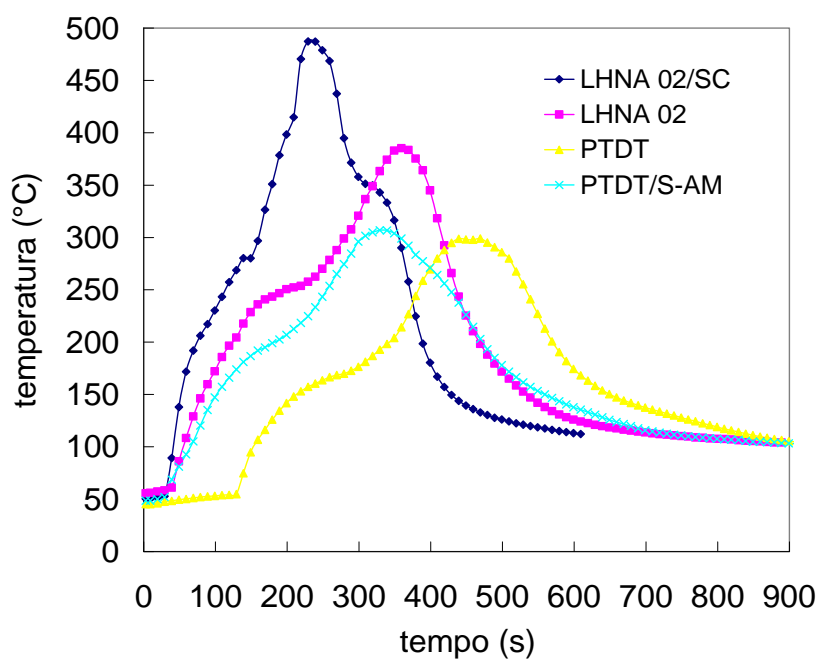


Figura 6.89 - Temperatura do anel de amostragem durante a combustão das proteções térmicas, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa.

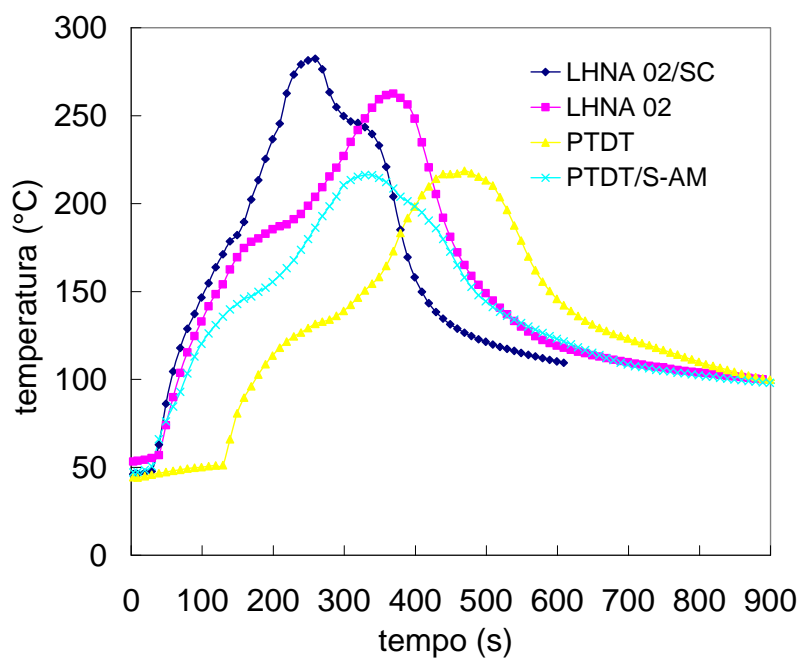


Figura 6.90 - Temperatura da placa de orifício durante a combustão das proteções térmicas, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa.



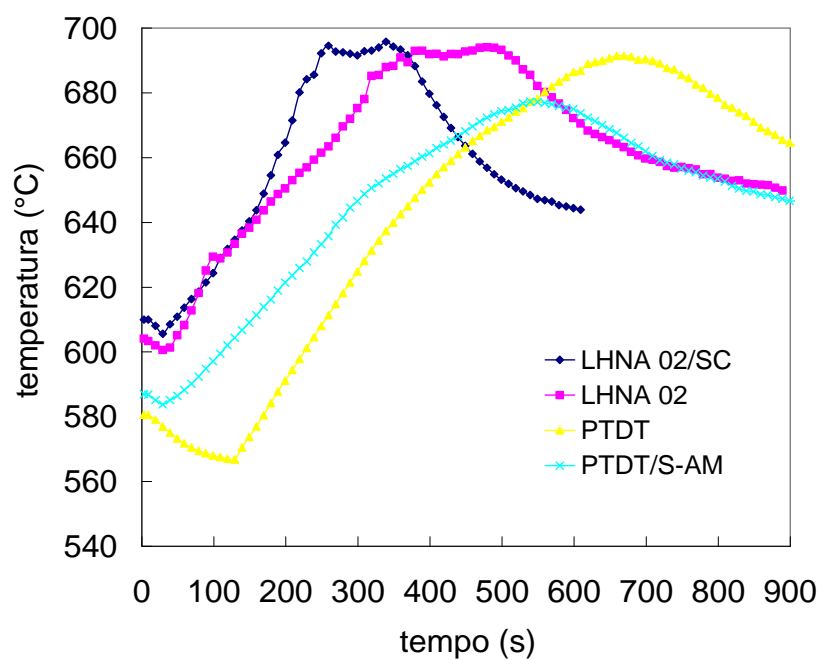


Figura 6.91 - Temperaturas médias das resistências durante a combustão das proteções térmicas, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa.

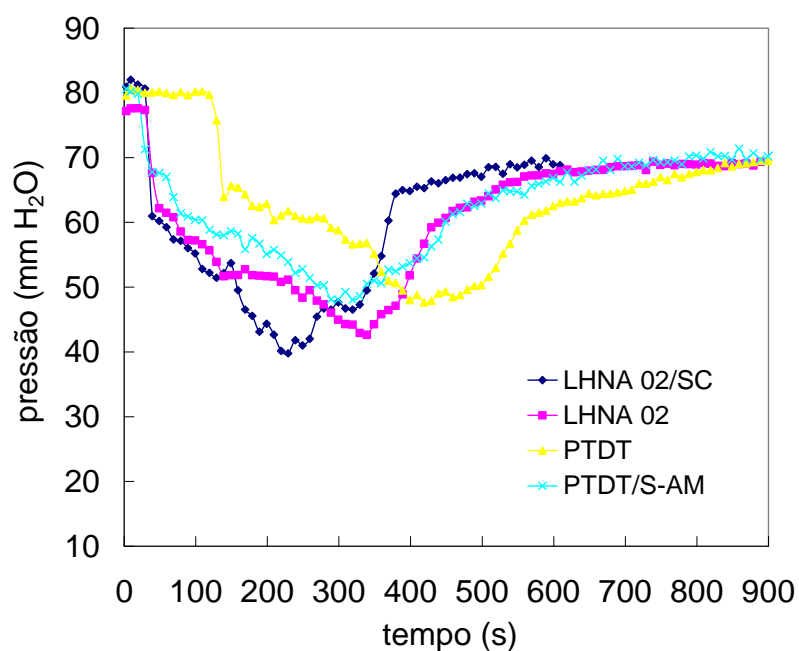


Figura 6.92 - Pressão na placa de orifício durante a combustão das proteções térmicas, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa.

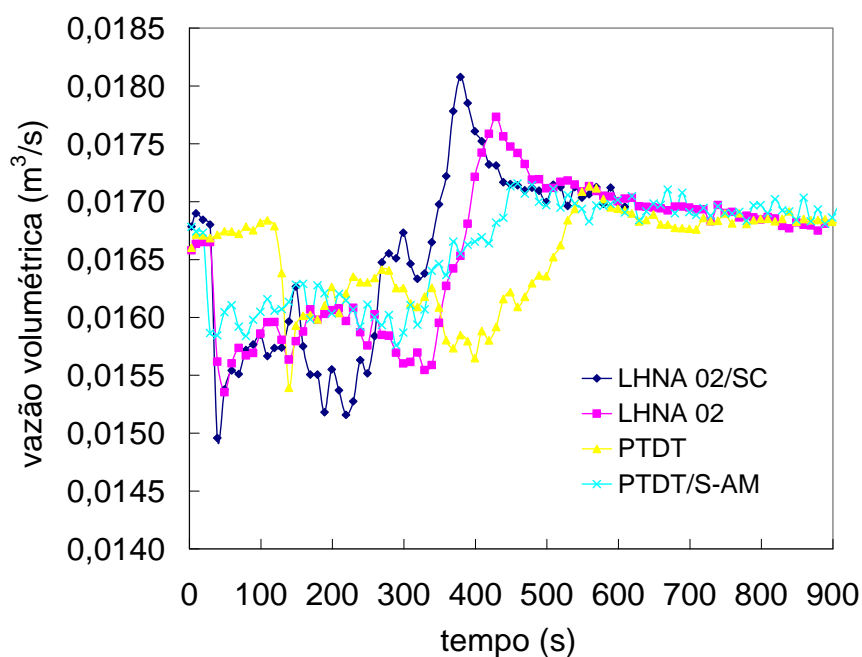


Figura 6.93 - Vazão volumétrica na placa de orifício durante a combustão das proteções térmicas, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa.

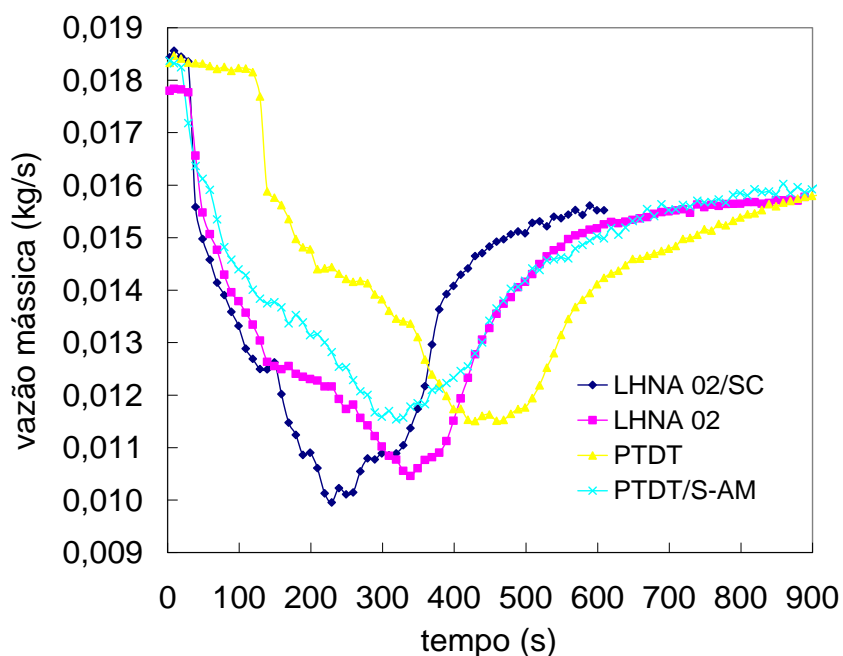


Figura 6.94 - Vazão mássica na placa de orifício durante a combustão das proteções térmicas, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa.

Tabela 6.31 - Valores máximos e mínimos, tempos característicos e classificação das características de inflamabilidade das proteções térmicas, com potência de aquecimento de 2100 W e sem ignição externa.

Propriedades	Compostos			
	<i>LHNA 02/SC</i>	<i>LHNA 02</i>	<i>PTDT</i>	<i>PTDT/S-AM</i>
Pico da <i>HRR</i> ( $kW/m^2$ )	1561 (1)	1085 (2)	750 (4)	822 (3)
Pico da taxa de consumo de massa ( $kg/s/m^2$ )	0,053 (1)	0,033 (2)	0,024 (4)	0,027 (3)
Depleção de $O_2$ (%)	10,35 (1)	6,55 (2)	4,39 (4)	4,70 (3)
Pico de $CO_2$ (%)	8,06 (1)	5,01 (2)	3,38 (4)	3,71 (3)
Pico de $CO$ (%)	0,60 (1)	0,24 (2)	0,14 (4)	0,17 (3)
Pico de $NO_x$ (ppm)	287 (1)	205 (2)	158 (3)	158 (3)
Pico de <i>UHC</i> (ppm)	1630 (1)	807 (2)	552 (3)	543 (4)
Pico de temperatura do anel de amostragem ( $^{\circ}C$ )	487 (1)	385 (2)	298 (4)	307 (3)
Pico de temperatura da placa de orifício ( $^{\circ}C$ )	282 (1)	263 (2)	219 (3)	216 (4)
Pico de temperatura da resistência ( $^{\circ}C$ )	695 (1)	693 (2)	691 (3)	677 (4)

(continua)

Tabela 6.31 - Conclusão.

Mínimo da pressão da placa de orifício ( $mm\ H_2O$ )	40 (1)	43 (2)	48 (3)	48 (3)
Mínimo da vazão mássica ( $kg/s$ )	0,0100 (1)	0,0105 (2)	0,0115 (3)	0,0115 (3)
Tempo do pico da $HRR$ (s)	249 (1)	369 (3)	429 (4)	339 (2)
Tempo do pico da taxa de consumo de massa (s)	219 (1)	339 (3)	399 (4)	289 (2)
Tempo de auto-ignição (s)	29 (2)	29 (2)	129 (3)	19 (1)
Tempo final de queima com chama (s)	379 (1)	509 (2)	649 (4)	569 (3)
Tempo total de queima com chama (s)	350 (1)	480 (2)	520 (3)	550 (4)

Tabela 6.32 - Principais características de inflamabilidade do *LHNA 02/SC*, para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W e sem ignição externa.

Propriedade	Potência de aquecimento (W)		Diferença	Desvio em relação a 1500 W (%)
	1500	2100		
Pico da <i>HRR</i> ( $kW/m^2$ )	1603	1561	42	-2,6
Pico da taxa de consumo de massa ( $kg/s/m^2$ )	0,052	0,052	0,000	0,0
Depleção de $O_2$ (%)	9,79	10,35	-0,56	5,7
Pico de $CO_2$ (%)	7,85	8,06	-0,21	2,7
Pico de $CO$ (%)	0,54	0,60	-0,06	11,1
Pico de $NO_x$ (ppm)	267	287	-20	7,5
Pico de <i>UHC</i> (ppm)	1547	1630	-83	5,4
Pico de temperatura do anel de amostragem ( $^{\circ}C$ )	460	487	-27	5,9
Pico de temperatura da placa de orifício ( $^{\circ}C$ )	276	282	-6	2,2
Pico de temperatura da resistência ( $^{\circ}C$ )	638	695	-57	8,9

(continua)

Tabela 6.32 - Conclusão.

Mínimo da pressão da placa de orifício ( <i>mm H<sub>2</sub>O</i> )	39	40	-1	2,6
Mínimo da vazão mássica ( <i>kg/s</i> )	0,0103	0,0100	0,0003	-2,9
Tempo do pico da <i>HRR</i> (s)	369	279	90	-24,4
Tempo do pico da taxa de consumo de massa (s)	299	219	80	-26,8
Tempo de auto-ignição (s)	79	29	50	-63,3
Tempo final de queima com chama (s)	509	379	130	-25,5
Tempo total de queima com chama (s)	430	350	80	-18,6

Tabela 6.33 - Principais características de inflamabilidade do *LHNA 02*, para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W e sem ignição externa.

Propriedade	Potência de aquecimento (W)		Diferença	Desvio em relação a 1500 W (%)
	1500	2100		
Pico da <i>HRR</i> ( $kW/m^2$ )	1064	1085	-21	2,0
Pico da taxa de consumo de massa ( $kg/s/m^2$ )	0,032	0,033	-0,001	3,3
Depleção de $O_2$ (%)	6,40	6,55	-0,15	2,3
Pico de $CO_2$ (%)	4,99	5,01	-0,02	0,4
Pico de $CO$ (%)	0,22	0,24	-0,02	9,1
Pico de $NO_x$ (ppm)	206	205	1	-0,5
Pico de <i>UHC</i> (ppm)	825	807	18	-2,1
Pico de temperatura do anel de amostragem ( $^{\circ}C$ )	368	385	-17	4,8
Pico de temperatura da placa de orifício ( $^{\circ}C$ )	249	263	-14	5,5
Pico de temperatura da resistência ( $^{\circ}C$ )	618	693	-75	12,1

(continua)

Tabela 6.33 - Conclusão.

Mínimo da pressão da placa de orifício ( <i>mm H<sub>2</sub>O</i> )	49	43	6	-12,5
Mínimo da vazão mássica ( <i>kg/s</i> )	0,0113	0,0105	0,0008	-7,3
Tempo do pico da <i>HRR</i> (s)	549	399	150	-27,3
Tempo do pico da taxa de consumo de massa (s)	459	339	120	-26,1
Tempo de auto-ignição (s)	199	29	170	-85,4
Tempo final de queima com chama (s)	699	509	190	-27,2
Tempo total de queima com chama (s)	500	480	20	-4,0



Tabela 6.34 - Principais características de inflamabilidade do *PTDT*, para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W e sem ignição externa.

Propriedade	Potência de aquecimento (W)		Diferença	Desvio em relação a 1500 W (%)
	1500	2100		
Pico da <i>HRR</i> ( $kW/m^2$ )	832	750	82	-9,8
Pico da taxa de consumo de massa ( $kg/s/m^2$ )	0,025	0,024	0,001	-2,9
Depleção de $O_2$ (%)	4,45	4,39	0,06	-1,3
Pico de $CO_2$ (%)	3,58	3,38	0,20	-5,6
Pico de $CO$ (%)	0,14	0,14	0,00	0,0
Pico de $NO_x$ (ppm)	156	158	-2	1,3
Pico de <i>UHC</i> (ppm)	520	552	-32	6,2
Pico de temperatura do anel de amostragem ( $^{\circ}C$ )	331	298	33	-10,1
Pico de temperatura da placa de orifício ( $^{\circ}C$ )	221	219	2	-1,2
Pico de temperatura da resistência ( $^{\circ}C$ )	620	691	-71	11,6
Mínimo da pressão da placa de orifício ( $mm H_2O$ )	48	48	0	0,0

(continua)

Tabela 6.34 - Conclusão.

Mínimo da vazão mássica ( <i>kg/s</i> )	0,0115	0,0115	0,0000	0,0
Tempo do pico da <i>HRR</i> (s)	639	459	180	-28,2
Tempo do pico da taxa de consumo de massa (s)	579	399	180	-31,1
Tempo de auto- ignição (s)	339	129	210	-61,9
Tempo final de queima com chama (s)	819	649	170	-20,8
Tempo total de queima com chama (s)	480	520	-40	8,3

Tabela 6.35 - Principais características de inflamabilidade do *PTDT/S-AM*, para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W e sem ignição externa.

Propriedade	Potência de aquecimento (W)		Diferença	Desvio em relação a 1500 W (%)
	1500	2100		
Pico da <i>HRR</i> ( $\text{kW/m}^2$ )	812	822	-10	1,2
Pico da taxa de consumo de massa ( $\text{kg/s/m}^2$ )	0,026	0,027	-0,002	7,7
Depleção de $\text{O}_2$ (%)	4,72	4,70	0,02	-0,4
Pico de $\text{CO}_2$ (%)	3,59	3,71	-0,12	3,3
Pico de $\text{CO}$ (%)	0,16	0,17	-0,01	6,3
Pico de $\text{NO}_x$ (ppm)	160	158	2	-1,1
Pico de <i>UHC</i> (ppm)	537	543	-6	1,1
Pico de temperatura do anel de amostragem ( $^{\circ}\text{C}$ )	295	307	-12	4,0
Pico de temperatura da placa de orifício ( $^{\circ}\text{C}$ )	212	216	-4	1,9
Pico de temperatura da resistência ( $^{\circ}\text{C}$ )	626	677	-51	8,3
Mínimo da pressão da placa de orifício ( $\text{mm H}_2\text{O}$ )	48	48	0	0,0

(continua)

Tabela 6.35 - Conclusão.

Mínimo da vazão mássica ( <i>kg/s</i> )	0,0115	0,0115	0,0000	0,0
Tempo do pico da <i>HRR</i> (s)	509	369	140	-27,5
Tempo do pico da taxa de consumo de massa (s)	459	289	170	-37,0
Tempo de auto-ignição (s)	169	19	150	-88,8
Tempo final de queima com chama (s)	719	579	140	-19,5
Tempo total de queima com chama (s)	550	560	-10	1,8

Tabela 6.36 - Resultados da soma das frações molares de O<sub>2</sub> consumido nos ensaios com proteções térmicas, para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W e sem ignição externa.

Material	Frações molares (%)		Diferença (%)	Desvio em relação a 1500 W (%)
	Potência de aquecimento de 1500 W	Potência de aquecimento de 2100 W		
<i>LHNA 02/SC</i>	162,99	172,66	-9,67	5,9
<i>LHNA 02</i>	148,75	148,25	0,50	-0,3
<i>PTDT</i>	113,35	117,47	-4,12	3,6
<i>PTDT/S-AM</i>	122,77	127,69	-4,92	4,0

Tabela 6.37 - Resultados da soma das frações molares de CO<sub>2</sub> formado nos ensaios com proteções térmicas, para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W e sem ignição externa.

Material	Frações molares (%)		Diferença (%)	Desvio em relação a 1500 W (%)
	Potência de aquecimento de 1500 W	Potência de aquecimento de 2100 W		
<i>LHNA 02/SC</i>	134,36	138,24	-3,88	2,9
<i>LHNA 02</i>	122,22	121,38	0,84	-0,7
<i>PTDT</i>	94,02	94,53	-0,51	0,5
<i>PTDT/S-AM</i>	102,11	106,40	-4,29	4,2

Tabela 6.38 - Resultados da soma das frações molares de CO formado das proteções térmicas, para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W e sem ignição externa.

Material	Frações molares (%)		Diferença (%)	Desvio em relação a 1500 W (%)
	Potência de aquecimento de 1500 W	Potência de aquecimento de 2100 W		
<i>LHNA 02/SC</i>	6,70	7,36	-0,66	9,9
<i>LHNA 02</i>	5,44	5,71	-0,27	5,0
<i>PTDT</i>	3,94	4,22	-0,28	7,1
<i>PTDT/S-AM</i>	4,77	4,96	-0,19	4,0

Tabela 6.39 - Resultados da soma das frações molares de NO<sub>x</sub> formado nos ensaios com proteções térmicas, para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W e sem ignição externa.

Material	Frações molares (ppm)		Diferença (ppm)	Desvio em relação a 1500 W (%)
	Potência de aquecimento de 1500 W	Potência de aquecimento de 2100 W		
<i>LHNA 02/SC</i>	4611	4885	-275	6,0
<i>LHNA 02</i>	4809	4844	-35	0,7
<i>PTDT</i>	3683	3917	-234	6,4
<i>PTDT/S-AM</i>	3973	4254	-281	7,1

Tabela 6.40 - Resultados da soma das frações molares de *UHC* formado nos ensaios com proteções térmicas, para potências de aquecimento de 1500 *W* e 2100 *W* e sem ignição externa.

Material	Frações molares (ppm)		Diferença (ppm)	Desvio em relação a 1500 <i>W</i> (%)
	Potência de aquecimento de 1500 <i>W</i>	Potência de aquecimento de 2100 <i>W</i>		
<i>LHNA 02/SC</i>	24343	24277	66	-0,3
<i>LHNA 02</i>	22049	22124	-75	0,3
<i>PTDT</i>	17387	18657	-1270	7,3
<i>PTDT/S-AM</i>	18080	17823	257	-1,4





## 7 CONCLUSÃO

Neste trabalho foi realizada uma investigação das características de inflamabilidade de materiais poliméricos que possuem aplicação no setor aeroespacial: polietileno de alta densidade (*PEAD*), parafina e seus compostos contendo corante preto, negro de fumo e nanofibra de carbono, visando utilização em propulsores híbridos; e materiais (*liners*) a base de polibutadieno hidroxilado (*HTPB*), visando aplicações em proteções térmicas do veículo lançador de satélites (VLS) e de outros foguetes brasileiros.

Das características de inflamabilidade foram determinadas a evolução da massa, temperaturas, frações molares do  $O_2$ ,  $CO_2$ ,  $CO$ ,  $NO_x$  e  $UHC$ , pressão e vazões mássicas e volumétricas. Foram também calculadas a taxa de liberação de calor (*HRR*), taxa de consumo de massa e calor de combustão de amostras de placas de áreas quadradas de  $0,01\ m^2$  e  $10\ mm$  de espessura, com potências de aquecimento de  $1500\ W$  e  $2100\ W$ , com e sem ignição externa.

A sistemática de operação se baseou nas orientações estabelecidas pela norma ASTM E 1354-03 (2003) que descreve um método padrão de medições das taxas de liberação de calor e de fumaça utilizando um calorímetro de consumo de oxigênio sob um fluxo de calor externo pré-definido. A qualidade das medições foi garantida por meio do cumprimento da referida norma com respeito às dimensões do calorímetro, assim como a especificação e o posicionamento dos instrumentos. A exceção se fez em relação ao cadinho em que é depositada a amostra, pois foi retirado o seu braço para se evitar uma distribuição assimétrica da transferência de calor por condução e também pelo reposicionamento do papel alumínio e da placa refratária para a sua área externa. A norma sugere o emprego de um fluxômetro de calor para medida do fluxo de calor inicial incidente sobre a amostra. Alternativamente, este fluxo pode ser estimado a partir da potência elétrica das resistências elétricas e pela determinação do fator de forma entre a base do calorímetro cônico (tronco de

cone aquecedor) e a superfície da amostra, distanciadas inicialmente de 25 *mm*, considerando a variação durante a combustão de 10 *mm*.

Para que houvesse repetitividade nos ensaios, foi elaborado um procedimento que descreve a sistemática de operação e que favoreceu a diminuição dos desvios dos resultados entre ensaios. A limpeza do sistema é um dos aspectos imprescindíveis, pois alguns materiais testados, como *LHNA 02*, *PTDT* e *PTDT/S-AM*, liberam grande quantidade de fuligem que entopem os furos do anel de amostragem e interferem nos resultados posteriores das medições dos gases.

A qualidade metrológica do calorímetro cônico foi atestada por processos de calibração dos instrumentos como balança, termopares e anemômetro e também pelas verificações dos sensores de pressão e alguns termopares. Ressalta-se que todos os instrumentos operaram satisfatoriamente, com resultados de medições dentro de faixas aceitáveis para os processos de determinação das características de inflamabilidade.

Introduzindo-se o conceito de metrologia, foi realizada a avaliação da incerteza da medição da taxa de liberação de calor, que é uma das mais importantes características de inflamabilidade, quando no exame da propensão ou não à combustão de materiais ou produtos. Foram apresentados conceitos fundamentais como erro sistemático, erro aleatório e erro máximo. Verificou-se que a taxa de liberação de calor apresentou grandezas de entradas como  $O_2$ ,  $CO_2$ ,  $CO$ , temperatura e pressão da placa de orifício correlacionadas (estatisticamente dependentes), com fator de correlação, em média, maior que 0,8. Verificou-se ainda que as grandezas de entrada como  $O_2$  e pressão foram as maiores fontes de incertezas. Caso sejam introduzidas melhorias no sistema de medição, é desejável que sejam feitas principalmente nos analisadores de  $O_2$  e no manômetro de pressão.

Durante os testes das amostras foram identificadas as fases de pré-aquecimento, pirólise sem chama, ignição, combustão com chama, extinção da chama e incandescência. Verifica-se que a curva da taxa de consumo de massa pode tomar várias formas em função da composição, das dimensões da amostra e também do calor externo fornecido.

Atrasos nas medições das frações molares de  $O_2$ ,  $CO_2$ ,  $CO$ , e consequentemente, da taxa de liberação de calor ocorreram devido à distância relativamente grande entre a amostra e os analisadores de gases.

Verificou-se que os tempos de queima das amostras diminuíram significativamente com o aumento da potência irradiada pelo calorímetro.

A utilização de um centelhador causa antecipações significativas da ignição e redução do tempo de teste. O adiantamento da ignição pelo uso do centelhador torna-se mais significativo quando a potência de aquecimento é menor, porque a liberação de voláteis é mais lenta e, consequentemente, a formação de uma mistura de voláteis e ar com uma composição acima do limite inferior de inflamabilidade leva mais tempo.

Nas amostras de *PEAD*, para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W, com e sem ignição externa, verificou-se que os picos das taxas de liberação de calor apresentaram diferenças entre os processos com e sem ignição externa inferiores a todas as incertezas expandidas determinadas, o que leva a concluir que as referidas diferenças, para as condições citadas, se encontram na faixa de 95% de probabilidade, onde se espera encontrar o valor verdadeiro do mensurando da *HRR*. Na análise da parafina, pode-se chegar à mesma conclusão somente para potência de aquecimento de 2100 W, pois para 1500 W as diferenças entre os picos são maiores que as incertezas expandidas inviabilizando a mesma conclusão

Para o *PEAD* e todos os compostos derivados da parafina, ficou notório que maiores potências de aquecimento implicam em maiores picos da taxa de liberação de calor e maiores taxas de liberação de calor média.

Foi verificado que o desvio do calor total liberado médio do *PEAD*, de 3 ensaios com potência de aquecimento de 1500 *W*, com e sem ignição externa, e 11 ensaios com 2100 *W*, com e sem ignição externa, é de apenas 1,3%, o que mostra a independência na medida do calor total liberado com a potência de aquecimento utilizada. A independência também foi verificada para amostras de parafina, sob as mesmas condições de potências e centelhamento.

Foram estudados os efeitos da espessura de amostras de parafina (10, 15 e 20 *mm*) com potência de aquecimento de 2100 *W*. Verificou-se que os picos da taxa de liberação de calor se mantiveram praticamente constantes e que o calor total liberado médio para as referidas espessuras tiveram variações limítrofes de 2,3%.

Os calores totais liberados médios para os compostos de parafina e para o *PEAD*, para potências de aquecimento de 1500 *W* e 2100 *W* e sem ignição externa, em *MJ/kg*, são: 42,622 (*Parafina*), 43,672 (*Parafina/CP*), 44,004 (*Parafina/CP/NF*), 42,636 (*Parafina/CP/NFC*) e 40,337 (*PEAD*). As estimativas do calor total liberado são maiores para *Parafina/CP/NF*, *Parafina/CP* e *Parafina/CP/NFC* (nesta ordem), portanto, maiores com respeito à *Parafina* e o *PEAD* indicando o efeito do aumento energético do material pela presença dos aditivos: corante preto, negro de fumo e nanofibra de carbono.

Tanto para o *PEAD* quanto para a parafina, o produto do calor de combustão pela taxa de consumo de massa, para potências de aquecimento de 1500 *W* e 2100 *W*, sem ignição externa, convergiu para a curva da taxa de liberação de calor. Ao se considerar as incertezas da medição da *HRR*, verifica-se que as referidas curvas ficam praticamente inseridas nos intervalos de incertezas da

*HRR*, onde há 95% de probabilidade de se encontrar o valor verdadeiro do mensurando.

Durante a maior parte do processo de queima, a *Parafina/CP/NFC* e *Parafina/CP/NF* apresentaram os maiores gradientes iniciais para todas as grandezas medidas (*HRR*, taxa de consumo de massa, evolução de massa, emissões, temperaturas, pressão e vazões), seguidos da *Parafina/CP*, *Parafina* e *PEAD*, respectivamente. No entanto, a *Parafina/CP* apresentou as maiores variações percentuais do pico da taxa de liberação de calor e do pico da taxa de consumo de massa em relação ao *PEAD*, apesar do calor de combustão da parafina, segundo Perry (1963), ser menor que o *PEAD*, segundo Doak (1986). O desejável é que as características apresentadas para a *Parafina/CP/NFC* e *Parafina/CP/NF* (maiores taxas iniciais) e *Parafina/CP* (maiores variações percentuais do pico da taxa de liberação de calor e de pico da taxa de consumo de massa em relação ao *PEAD*) estivessem atribuídas a um mesmo material pois o tornariam mais atrativo para fins propulsivos.

Foi verificado que a taxa de liberação de calor de amostras de *Parafina/CP/NFC* e *Parafina/CP/NF* são semelhantes. Assim, era esperado que as curvas de emissões de  $\text{CO}_2$  e  $\text{CO}$  também fossem similares. No entanto, observa-se um efeito compensatório no processo de emissão desses gases pois, enquanto a *Parafina/CP/NFC* libera mais  $\text{CO}_2$  que a *Parafina/CP/NF*, com respeito ao  $\text{CO}$  ocorre o efeito contrário, ou seja, a *Parafina/CP/NFC* libera menos  $\text{CO}$  que a amostra de *Parafina/CP/NF*. Portanto, considerar os efeitos das concentrações de  $\text{CO}$  da *Parafina/CP/NF* sobre a taxa de liberação de calor se torna importante, pois, embora sua concentração total seja aproximadamente 81 vezes inferior ao  $\text{CO}_2$ , o seu efeito modifica o resultado do cálculo.

Para potência de aquecimento de 2100 W, sem ignição externa, verifica-se que os picos de emissão de  $\text{NO}_x$  são maiores para *Parafina/CP/NFC* e *Parafina/CP*.

Apesar do pico de  $NO_x$  da *Parafina* ser maior que o pico de *PEAD*, suas emissões totais são semelhantes.

De todos os compostos utilizados nos ensaios o corante preto é o único que apresenta uma pequena quantidade de nitrogênio na sua constituição. Entretanto, pode-se verificar a emissão de  $NO_x$  em todos os materiais, mesmo na parafina e *PEAD*, que não apresentam nitrogênio na sua constituição. A formação de  $NO_x$  provavelmente seja decorrente do processo pós-combustão onde o efeito global da temperatura tem grande influência. Além disso, o efeito pós-combustão dos compostos que utilizam pequena quantidade de nitrogênio com respeito aqueles derivados de hidrazina e grupos nitro se tornam menos significativos em grandes altitudes à medida que o ar se torna mais rarefeito. Portanto, como os efeitos de formação de  $NO_x$  é decorrente da pós-combustão é esperado que a sua formação não implique em significativo impacto ambiental.

No caso do *UHC*, da integração das frações molares, foi verificada uma diminuição considerável na formação total de *UHC* para a potência de aquecimento de 2100 W, com respeito a 1500 W, com variações de: -57,7% (*Parafina*), -54,5% (*Parafina/CP*), -60,5% (*Parafina/CP/NF*), -61,6% (*Parafina/CP/NFC*) e -3,1% (*PEAD*).

Polímeros de cadeias muito longas, como o *PEAD*, tendem a se fragmentar ao invés de vaporizar e com isso produzir mais *UHC*. Substâncias que produzem mais *UHC* tendem a produzir menos  $CO_2$ .

Enquanto que a formação de  $NO_x$  é favorecida pelo aumento da temperatura, com o *UHC* ocorre efeito contrário, diminui com aumento da temperatura.

O *PEAD* e os compostos de *Parafina* apresentam os perfis das curvas da *HRR* e da taxa de consumo de massa côncavos para baixo e deslocado para a

direita o que corresponde a uma maior taxa de queima ou a uma maior propensão à combustão. O *LHNA 02/SC* apresenta os referidos perfis *aproximadamente simétricos*, que lhe confere uma menor propensão à combustão.

Verificou-se que os picos da taxa de liberação de calor e da taxa de consumo de massa seguem a seguinte ordem decrescente: *LHNA 02/SC*, *LHNA 02*, *PTDT/S-AM* e *PTDT*. Além disso, pode-se verificar que as diferenças entre os picos de todas as curvas da *HRR* para as potências de aquecimento de 1500 *W* e 2100 *W* estão contidas no mesmo intervalo de incerteza, ou seja, os referidos picos para as potências de aquecimento supracitadas tendem a ser os mesmos. Por fim, pode-se também verificar que a taxa de liberação de calor média do *PTDT/S-AM* e o *PTDT* são similares. Com isso pode-se concluir que tanto o *PTDT/S-AM* quanto o *PTDT* podem ser utilizados de forma indistinta como proteções térmicas de motores foguetes.

As médias dos picos da *HRR* do *LHNA 02/SC*, para potências de aquecimento de 1500 *W* e 2100 *W*, com e sem ignição externa, são de 1610  $\text{kW/m}^2$  e 1481  $\text{kW/m}^2$ , respectivamente, portanto, uma diferença de 129  $\text{kW/m}^2$  e maior para 1500 *W*. Entretanto, ao se determinar a taxa de liberação de calor média das curvas da *HRR* para ambas as potências de aquecimento, pode-se verificar um aumento de 18,6% e 21,0%, para a potência de aquecimento de 2100 *W*, para os processos com e sem ignição externa, respectivamente.

Verifica-se para os demais materiais, *LHNA 02*, *PTDT* e *PTDT/S-AM*, que as diferenças entre as taxas de liberação de calor média é pouco significativa.

Os picos da *HRR* para potência de aquecimento de 2100 *W* e sem ignição externa apresentam desvios de -2,6% (*LHNA 02/SC*), 2,0% (*LHNA 02*), -9,9% (*PTDT*) e 1,2% (*PTDT/S-AM*) com respeito à potência de aquecimento de 1500

*W*. Os picos das taxas de liberação de calor de cada composto, para as potências de aquecimento supracitadas tendem a ser os mesmos.

Os tempos de queima e os picos da taxa de liberação de calor não são significativos na avaliação da taxa de liberação de calor média, pois no caso do *LHNA 02/SC*, o pico e o tempo total de queima com chama para potência de aquecimento de 2100 *W* são inferiores para potência de aquecimento de 1500 *W*, o que implicaria numa taxa de liberação de calor média menor. Entretanto, pode-se verificar o contrário, ou seja, a taxa de liberação de calor média é maior para potência de aquecimento de 2100 *W*, devido a sua área ser maior com respeito a 1500 *W*.

Da mesma forma que o *PEAD* e a parafina, verificou-se para o *LHNA 02/SC* a independência do calor total liberado, por unidade de massa, com a potência de aquecimento. As variações percentuais para a potência de aquecimento de 2100 *W* foram de -3,1% (com ignição externa) e -2,7% (sem ignição externa) com respeito a 1500 *W*.

Os resultados dos calores totais liberados médios dos processos de combustão, com chama, em *MJ/kg* são: 31,230 (*LHNA 02/SC*), 32,265 (*LHNA 02*), 31,541 (*PTDT*) e 32,862 (*PTDT/S-AM*). Verifica-se que os desvios para potência de aquecimento de 2100 *W* com respeito a 1500 *W* são poucos significativos, que indica a independência do calor total liberado com o fluxo de calor incidente.

Os resultados dos processos de combustão, sem chama, indicam valores médios do calor total liberado, em *MJ/kg* de: 12,070 (*LHNA 02*), 5,229 (*PTDT*) e 4,519 (*PTDT/S-AM*). Verifica-se que, excetuando a amostra de *PTDT*, os resultados divergem consideravelmente entre as potências de aquecimento de 1500 *W* e 2100 *W*. No caso do *PTDT S/AM* atingiu a ordem de 31%, indicando



que o procedimento para determinação da quantidade de calor liberado não é adequado para a região de combustão sem chama.

O efeito do aumento da temperatura no aumento da concentração de  $NO_x$  e na diminuição da concentração de  $UHC$ , do *LHNA 02/SC*, ocorrem com incrementos baixos, em torno de +6,0% para o  $NO_x$  e -0,3% para o  $UHC$ .

A razão entre os picos de  $UHC$  e  $NO_x$ , do *LHNA 02/SC*, para potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W e sem ignição externa, são praticamente iguais, 5,8 e 5,7. A formação de  $UHC$  é em média 5 vezes maior que o  $NO_x$ , para ambas as potências de aquecimento, compatível com a razão dos referidos picos.

Em relação a todas as proteções térmicas pode-se verificar que a soma de  $NO_x$  é maior para potência de aquecimento de 2100 W, porém, com diferença pouco significativa em relação a 1500 W, e como caso extremo pode-se citar o *PTDT/S-AM*, que apresentou um desvio de 7,1%.

Por fim, ainda com relação a todas as proteções térmicas, no caso da soma do  $UHC$ , não se pode afirmar que o aumento potência de aquecimento tenha contribuído na diminuição deste gás, pois se verifica resultados aleatórios para as potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W. Pode-se notar que os desvios entre as referidas potências de aquecimento são pouco significativos e, como caso limite pode-se citar o *PTDT*, com um desvio de 7,3% com respeito à potência de aquecimento de 1500 W.

Sugere-se em trabalhos futuros a variação nas porcentagens de aditivos da parafina, de forma a serem obtidas maiores taxas de liberação de calor e de consumo de massa. Testes com outros materiais como polietileno de baixa densidade (*PEBD*), polimetilmetacrilato (*PMMA*), também são exemplos de materiais que podem ser investigados para fins propulsivos.

A variação da espessura da amostra é outra oportunidade de investigação com respeito aos efeitos de penetração da radiação térmica no seu interior.

A seleção do fluxo de calor sobre a amostra com a utilização de um fluxômetro de calor é desejável, pois facilitaria a comparação dos resultados do INPE/LCP com outras instituições de pesquisa.

A substituição das resistências elétricas que forneçam fluxos de calor de pelo menos  $75 \text{ KW/m}^2$  é outro aspecto desejável, pois permitiria o estudo de materiais em uma maior faixa de fluxo de calor incidente.

A participação em programas de intercomparações laboratoriais se faz mister na garantia da qualidade dos resultados. Instituições como o *NIST* (Estados Unidos), *Building Research Institute* (Japão), Hong Kong Polytechnic University (China), L.S.F. Laboratorio di studi e ricerche sul fuoco (Italia), entre outras, são exemplos de organizações detentoras de calorímetros cônicos que poderiam participar do programa. Beall (1997) descreve a sistemática de distribuição das amostras, identificação dos laboratórios (anonimato), grandezas avaliadas, e outras informações pertinentes a cada tipo de avaliação.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ADADE FILHO, A. **Matlab básico 6**. São José dos Campos: ITA, 2001. 167p.

AIRBUS SOCIÉTÉ PAR ACTIONS SIMPLIFIÉE (AIRBUS). **A380 Family**: new generation, new experience. Disponível em:

<<http://www.airbus.com/aircraftfamilies/passengeraircraft/a380family/>>. Acesso em: 17 janeiro 2010.

ALBERTAZZI, A. G.; SOUSA, A. R. **Fundamentos de metrologia científica e industrial**. São Paulo: Manole, 2008. 408p. ISBN 978-85-204-2116-1.

ALTMAN, D.; HUMBLE, R. W. Hybrid rockets propulsion systems. In: HUMBLE, R.W.; HENRY, G.N; LARSON, W.J. (Ed.). **Space propulsion analysis and design**. New York: McGraw-Hill, 1995. cap. 7, p.365-441.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM). **ASTM E 1354-03**: Standard test method for heat and visible smoke release rates for materials and products using an oxygen consumption calorimeter. West Conshohocken, PA: ASTM, 2003. 18p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). **NBR ISO/IEC 17025**: requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração. Rio de Janeiro, 2005.

BABRAUSKAS, V. **Development of the cone calorimeter** - a bench-scale heat release rate apparatus based on oxygen consumption. Gaithersburg, MD: National Bureau of Standards, 1982. (NBSIR 82-2611).

BABRAUSKAS, V. Development of the cone calorimeter - a bench-scale heat release rate apparatus based on oxygen consumption. **Fire and Materials**, v.8, n.2, p.81-95, June 1984. DOI: 10.1002/fam.810080206.

BABRAUSKAS, V. Ten years of heat release research with the cone calorimeter. In: HASEMI, I. Y. (Ed.). **Heat release and fire hazard**. Tsukuba (Japan): Building Research Institute, 1993. v.1, p.III-1-III-8.

BABRAUSKAS, V. **Heat release rate**: a brief primer. Disponível em: [http://www.doctorfire.com/hrr\\_prmr.html](http://www.doctorfire.com/hrr_prmr.html). Acesso em: 20 May 2010.

BEALL, K. A. **Asia-Oceania ISO 5660 cone calorimeter** - inter laboratory trials. Gaithersburg, MD: NIST, June 1997. v.2. 43p. (NISTIR 6030).

BEAULIEU, P.A.; DEMBSEY, N.A. Effect of oxygen on flame heat flux in horizontal and vertical orientations. **Fire Safety Journal**, v.43, n.6, p.410-428, Feb. 2008. DOI: 10.1016/j.firesaf.2007.11.008.

BECKER, D. **Estrutura de sólidos cristalinos**: Curso de ciência dos materiais. Joinville: UDESC, 2011. 126 transparências. Disponível em: <http://www.joinville.udesc.br/portal/professores/daniela/index.php?pg=materiais> Acesso em: 23 jun. 2011.

BÍBLIA. Português. **Bíblia sagrada**. Tradução de Padre Antonio Charbel. São Paulo: Edições Loyola, 1989. cap. 6, vers. 15. Edição Ecumênica.

BOEDEKER PLASTICS. **UL 94 Overview**: test for flammability of plastic materials for parts in devices and appliances. Disponível em: <http://www.boedeker.com/bpi-ul94.htm>. Acesso em: 28 nov. 2011.

BROHEZ, S. Uncertainty analysis of heat release rate measurement from oxygen consumption calorimetry. **Fire and Materials**. v.29, n.6, p.383-394, Dec. 2005. DOI 10.1002/fam.895.

BROWN, T. R.; LYDON, M. C. Testing of paraffin-based hybrid rocket fuel using hydrogen peroxide oxidizer. In: AIAA REGION 5 STUDENT CONFERENCE, 39., 2005, Wichita, KS. **Proceedings...** Washington, D.C.: USDOE, 2005.

BRYANT, R. A.; MULHOLLAND, G. W. A guide to characterizing heat release rate measurement uncertainty full-scale for fire tests. **Fire and Materials**, v.32, n.3, p.121-139, 2008.

CALLISTER, W. D. J. Estruturas dos polímeros. In: \_\_\_\_\_. **Ciência e engenharia de materiais**: uma introdução. 7. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2007. p.381-421. ISBN 978-85-216-1595-8.

CANEVAROLO, S.V.J. **Ciência dos polímeros**: um texto básico para tecnólogos e engenheiros. 2. ed. São Paulo: Artliber, 2002. 280p.

CARMICINO, C.; SORGE, A. R. Investigation of the fuel regression rate dependence on oxidizer injection and chamber pressure in a hybrid rocket. In: AIAA/ASME/SAE/ASEE JOINT PROPULSION CONFERENCE AND EXHIBIT, 39., 2003, Huntsville, AL. **Proceedings...** Reston, VA: AIAA, 2003. (AIAA-2003-4591).

CASTRO, A. **Investigação teórico-experimental da combustão de madeira**. 2005. 212p. (INPE-15657-TDI/1434). Dissertação (Mestrado em Engenharia e Tecnologia Espaciais) - Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE), Cachoeira Paulista, SP, 2005.

CHIAVERINI, M. J., JOHNSON, D. K., LU, Y-C., KUO, K. K.; RISHA, G. A. Regression rate behavior of hybrid rocket solid fuels. **Journal of Propulsion and Power**, v.16, n.1, p.125-132, Jan.-Feb. 2000.

COELHO, N. M. A.; FURTADO, J. L. B.; PHAM-HUU, C.; VIEIRA, R. Carbon nanofibers: a versatile catalytic support. **Materials Research**, v.11, n.3, July-Sept. 2008.

COSTA, F. S; CASTRO, A.. Temperature evolution and propagation of drying, pyrolysis and charring fronts inside wood slabs and cylinders. In: INTERNATIONAL CONGRESS OF MECHANICAL ENGINEERING, 19., COBEM, 2007, Brasília, DF. **Proceedings...** Rio de Janeiro: ABCM, 2007. ISBN 978-85-85769-34-5.

COSTA, T. L. **Características físicas e físico-químicas do óleo de duas cultivares de mamona**. 2006. 113p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Agrícola) - Universidade Federal de Campina Grande (UFCG), Campina Grande, PB, 2006.

COUTINHO, B. C; MIRANDA, G. B; SAMPAIO, G. R; SOUZA, L.B. S; SANTANA, W. J; COUTINHO, H. D. M. Importância e as vantagens do polihidroxibutirato (plástico biodegradável). **Revista Holos**, v.3, p.76-81, dez. 2004.

COUTINHO, F. M. B.; MELLO, I. L.; SANTA MARIA, L. C. Polietileno: principais tipos, propriedades e aplicações. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v.13, n.1, p.1-13, 2003.

DELMÉE, G. J. **Manual de medição de vazão**. 2. ed. São Paulo: Edgard Blücher, 1989. 476p.

DEUTSCHEN ZENTRUM FÜR LUFT- UND RAUMFAHRT (DLR). **Institut für verbrennungstechnik**. Disponível em: <http://www.dlr.de/dlr/desktopdefault.aspx/tabid-10002/>. Acesso em: 28 nov. 2011.

DOAK, K. W. Ethylene polymers. In: Mark, H. M.; BIKALES, N. M.; OVERBERG, C. G.; MENGES, G. **Encyclopedia of polymer science and engineering**. New York: John-Wiley, 1986. v.6, p.383-429.

ELLIOT, P. J.; WHITELEY, R. H. A cone calorimeter test for the measurement of flammability properties of insulated wire. **Polymer Degradation and Stability**, v.64, n.3, p.577-584, 1999.

ENRIGHT, P. A.; FLEISCHMANN, C. M. Uncertainty of heat release rate calculation of the ISO 5660-1 cone calorimeter standard test method. **Fire Technology**, v.35, n.2, 1999.

FAISON, C. D.; HORLICK, J.; MERKEL, W. R.; WHITE, V. R. (Ed.). **NVLAP procedures and general requirements**. Gaithersburg, MD: National Institute of Standards and Technology, Feb 2006. (NIST Handbook 150). Disponível em: <http://www.nist.gov/nvlap/upload/nist-handbook-150.pdf>. Acesso em: 23 out. 2011.

FEDERAL AVIATION ADMINISTRATION (FAA). **Technology center: fire safety**. Disponível em: <<http://www.fire.tc.faa.gov/research/research.stm>>. Acesso em: 30 jan. 2010.

FERREIRA, M. A.; MARTINS, C. A.; BATISTA, J. C. **Amostragem de gases e analisadores**: procedimentos e recomendações. São José dos Campos: INPE, 2006. 47p. (INPE-14125-RPQ/259).

FIGLIOLA, R. S; BEASLEY, D. E. Flow measurements. In: \_\_\_\_\_. **Theory and design for mechanical measurement**. 4. ed. New York: John Wiley, 2006. p.389-428. ISBN 0-471-44593-2.

FILIPCZAK, R.; CROWLEY, S.; LYON, R. Heat release rate measurements of thin samples in the OSU apparatus and the cone calorimeter. **Fire Safety Journal**, v.40, n.7, p.628-645, Sept. 2005.

FIRE TESTING TECHNOLOGY (FTT). **The benchmark in fire testing**. Disponível em: <http://www.fire-testing.com/main/spanish/astm-e-906-osu>. Acesso em: 28 nov. 2011.

FISCHER, M.V.T. **Síntese de nanotubos de carbono pela técnica de deposição catalítica química em fase vapor**. 2010. 63p. Dissertação (Mestrado em Nanociências) - Centro Universitário Franciscano, Santa Maria, RS, 2010.

GALLO, J. B.; AGNELLI, J.A.M. Aspectos do comportamento de polímeros em condições de incêndio. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v.8, n.1, jan.-mar. 1998. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1590/S0104-14281998000100005>. Acesso em: 10 jan. 2011.

GARCIA, A. V. Coeficiente de temperatura. Campinas: UNICAMP. Disponível em: <http://www.dsee.fee.unicamp.br/~sato/ET515/node9.html>. Acesso em: 10 abr. 2010.

GEMAQUE, M. J.; COSTA, F. S. A thermal radiation distribution on samples tested in cone and cylinder calorimeters. In: BRAZILIAN CONGRESS OF THERMAL ENGINEERING AND SCIENCES, 12., COBEM, 2008, Belo Horizonte, MG. **Proceedings...** Rio de Janeiro: ABCM, 2008.

GEORGE, P.; KRISHMAN, S.; VARKEY, P. M.; RAVINDRAN, M.; RAMACHANDRAN, T. Fuel regression rate in hydroxyl-terminated polybutadiene/gaseous-oxygen hybrid rocket motors. **Journal of Propulsion and Power**, v.17, n.1, p. 35-42, Jan. 2001.

GERMAN FIRE PROTECTION ASSOCIATION (VFDB). **Advisory committee on technology and science**. Disponível em: <http://www.fireforum.org/index.html>. Acesso em: 05 nov. 2011.

GILMAN, J.W.; HARRIS JR. R.H.; SHIELDS, J.R.; KASHIWAGI, T.; MORGAN, A.B. A study of the flammability reduction mechanism of polystyrene-layered silicate nanocomposite: layered silicate reinforced carbonaceous char. **Polymers for Advanced Technologies**, v.17, n.4, p.263-271, May 2006. DOI: 10.1002/pat.682.

GOLD, C. **UL-94** - test for flammability of plastic materials for parts in devices and appliances. Laird Tech Notes. Disponível em: <http://www.lairdtech.com/SearchResults.aspx>. Acesso em: 28 Nov. 2011.

GOMES, S. R.; ROCCO JR, L.; IHA, K.; ROCCO, J. A. F. F. Perspectives for hybrid propulsion development in Brazil. **Journal of the Brazilian Air Force University**, v.26, n.23, p.91-96, June 2010.

GOUVÊA, L. H., VIEIRA, R., COSTA, F. S. H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>/paraffin hybrid rockets for launching nanosats into LEO. In: BRAZILIAN CONGRESS OF THERMAL SCIENCES AND ENGINEERING, 11., 2006, Curitiba, SP. **Anais...** Rio de Janeiro: ABCM, 2006. (Paper ENCIT 06-0913).

HERD, C. R.; MCDONALD, G. C.; HESS, W. M. The use of skeletonization for the shape classification of carbon-black aggregates. **Rubber Chemistry and Technology**. v.66. n.4, p.491-500, 1993. DOI:10.5254/1.3538323

HESS, W. M.; HERD, C. R. Microstructure, morphology and general physical properties. In: DONNET, J-B.; BANSAL, R. C.; WANG, M-J. **Carbon black**. 2.ed. New York: Marcel Dekker, 1993. p.89-173. ISBN 0-8247-8975-X.

HOLMAN, J. P. **Heat transfer**. 9. ed. Boston: McGraw-Hill, 2002. 665 p. ISBN 0-07-240655-0.

HOPKINS, H. **Predicting the ignition time and burning rate of thermoplastics in the cone calorimeter**. 2005. 191p. (NIST-GCR-95-677). Dissertation (Master of Science). University of Maryland, USA.

HOSTIKKA, S.; AXELSSON, J. **Modelling of the radiative feedback from the flames in cone calorimeter**. Finland: Nordtest, 2003. 41p. (NT Techn Report 540).

HOWELL, J. R. **A catalog radiation configuration factors**. New York: McGraw-Hill, 1982. p.1 -2.

HUGGETT, C. Estimation of rate of heat release by means of oxygen consumption measurements. **Fire and Materials**, v.4, n.2, p.61-65, June 1980. DOI: 10.1002/fam810040202

INCROPERA, F. P.; DEWITT, D. P. Radiation exchange between surfaces. In: \_\_\_\_\_. **Fundamentals of heat and mass transfer**. 4. ed. New York: John Wiley, 1990. p.717-782. ISBN 0-471-30460-3.

INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, NORMALIZAÇÃO E QUALIDADE INDUSTRIAL (INMETRO). **Sistema internacional de unidades (SI)**. 2. ed. Brasília: SENAI, 2000.

INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, NORMALIZAÇÃO E QUALIDADE INDUSTRIAL (INMETRO)/ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). **Guia para expressão da incerteza de medição**. 3.ed. Rio de Janeiro, 2003. 121p. ISBN 85-07-00251-X

INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, NORMALIZAÇÃO E QUALIDADE INDUSTRIAL (INMETRO). **Vocabulário internacional de termos fundamentais e gerais de metrologia – VIM**. 5. ed. Rio de Janeiro: SENAI, 2007.

JANOWSKA, G.; RYBINSKI, P.; JANTAS, R. Effect of the modification of silica properties and flammability of cross-butadiene-acrylonitrile rubbers. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 87, n. 2, p.511-517, 2007.

KANURY, A.M. Ignition of cellulosic solids: minimum pyrolysate mass flux criterion. **Combustion Science and Technology**, v.16, n.1-2, p.89, 1977.

KARABEYOGLU, M. A.; ZILLIAC, G.; CANTWELL, B. J.; DE ZILWA, S.; CASTELLUCCI, P. Scale-up tests of high regression rate paraffin -based hybrid rocket fuels. **Journal of Propulsion and Power**, v.20, n.6, p.1037-1045, Nov.-Dec. 2004.

KORTING, P.A.O.G.; SHÖYER, H.F.R.; TIMNAT, Y.M. Advanced hybrid rocket experiments. **Acta Astronautica**, v.15, n.2, p.97-104, 1987.



KROTO, H. W.; HEATH, J. R.; O'BRIEN, S. C.; CURL, R. F.; SMALLEY, R. E. C60:Buckminsterfullerene. **Nature**, v.318, n.6042, p.162-163, Nov. 1985. DOI:10.1038/318162a0

KUO, K. K-Y. Review of chemical thermodynamics. In: \_\_\_\_\_. **Principles of combustion**. New York: John Wiley & Sons, 1986. p.38-45. ISBN 0-471-09852-3.

MEDEIROS, E. S.; PATERNO, L. G.; MATTOSO, L. H. C. Nanotecnologia. In: DURAM, N.; MATTOSO, L. H. C.; MORAES, P. C. **Nanotecnologia: introdução, preparação e caracterização de nanomateriais e exemplos de aplicação**. São Paulo: Artliber, 2006. p.13-29.

MELECHKO, A. V.; KLEIN, K. L.; FOWLKES, J. D.; HENSLEY, D. K.; MERKULOV, I. A.; KNIGHT, T. E.; RACK, P. D.; HORTON, J. A.; SIMPSON, M. L. Control of carbon nanostructure: from nanofiber toward nanotube and back. **Journal of Applied Physics**, v.102, n.7, 2007.

MOJAVE AIR AND SPACE PORT (MOJAVE). **Aerospace testing: SpaceShipOne**. Disponível em: <http://www.mojaveairport.com/spaceshipone.htm>. Acesso em: 5 Fev. 2011.

MOURA, G. S. **Análise teórica e experimental do desempenho de um estado-reator a combustível sólido utilizando polibutadieno hidroxilado**. 2008. 156p. (INPE- 15172-TDI/1289). Dissertação (Mestrado em Engenharia e Tecnologia Espaciais) - Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE), São José dos Campos, SP, 2008.

NATIONAL AERONAUTICS AND SPACE ADMINISTRATION (NASA). **Candlestick rocket ship**. Disponível em: [http://science.nasa.gov/science-news/science-at-nasa/2003/28jan\\_envirorocket/](http://science.nasa.gov/science-news/science-at-nasa/2003/28jan_envirorocket/). Acesso em: 5 Fev. 2011.

NATIONAL INSTITUTE OF STANDARDS AND TECHNOLOGY (NIST). **NFPA FPH2008: Combustion products and their effects on life safety**. Disponível em: <http://www.fire.nist.gov/bfrlpubs/fire08/art043.html>. Acesso em: 11 May 2010.

NATIONAL INSTITUTE OF STANDARDS AND TECHNOLOGY (NIST). **Eicosane** - Webbook. Disponível em: <http://webbook.nist.gov/cgi/cbook.cgi?ID=C112958&Units=SI&Mask=4#Thermo-Phase>. Acesso em: 10 Apr. 2011a.

NATIONAL INSTITUTE OF STANDARDS AND TECHNOLOGY (NIST). **1,3-Butadiene** - Webbook. Disponível em: <http://webbook.nist.gov/cgi/cbook.cgi?ID=C106990&Units=SI&Mask=4#Thermo-Phase>. Acesso em: 10 Sept. 2011b.

NATIONAL INSTITUTE OF STANDARDS AND TECHNOLOGY (NIST).

**Advanced fire service technology program.** Disponível em:

<http://www.nist.gov/fire/technology.cfm>. Acesso em: 25 Nov. 2011c.

OLIVEROS, M. M. E. **Síntese, processamento e caracterização de nanocompósitos de Cu-CNT.** 2008. 126p. Dissertação (Mestrado em Ciência dos Materiais e Metalurgia) - Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, RJ, 2008.

PARKER, W. J. **An investigation of the fire environment in the ASTM E 84 tunnel test.** Washington, D.C.: National Bureau of Standards, Aug. 1977. 75p. (NBS TN-945).

PARKER, W. J. **Calculations of the heat release rate by oxygen consumption for various applications.** Washington, D.C.: National Bureau of Standards, Mar. 1982. 46p. (NBSIR 81-2427).

PATERLINI, W. C.; BOTELHO, E. C.; REZENDE, L. C.; LOURENÇO, V. L.; REZENDE, M. C. Efeito da concentração do catalisador acetilacetato ferrico na cura de poliuretano a base de polibutadieno líquido hidroxilado (PBLH) e diisocianato de isoforona (IPDI). **Química Nova**, v.25, n.2, p.221-225, 2002. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1590/S0100-40422002000200009>. Acesso em: 6 Ago. 2011.

PERRY, R. E.; CHILTON, C. H. Heats and free energies of formation. In: \_\_\_\_\_. (Ed.) **Chemical engineers' handbook.** 4. ed. New York: McGraw-Hill, 1963. p.3-134 - 3-144.

PERUZZO, T. M.; CANTO, E. L. **Química: na abordagem do cotidiano.** São Paulo: Moderna, 1993. 304p. ISBN 85-16-00915-7.

PRICE, D.; BULLET, K. J.; CUNLIFFE, L.K.; HULL, T.R.; MILNES, G.J.; EBDON, J.R.; HUNT, B.J.; JOSEPH, P. Cone calorimetry studies of polymer systems flame retarded by chemically bonded phosphorus. **Polymer Degradation and Stability**, v.88, n.1, p.74-79, 2005.

PURDUE UNIVERSITY. School of Aeronautics and Astronautics. **Hybrid rocket technology demonstrator** - Lloyd droppers. Calendar & Events. Disponível em: <https://engineering.purdue.edu/AAE/AboutUs/News/HybridRocketTechnologyDemonstratorLloydDroppers>. Acesso em: 10 Abril 2011.

RABELO, M. S. **Aditivos de polímeros.** São Paulo: Artliber, 2000. 242p.

REDE METROLÓGICA RS. **RM68:** Incerteza de medição: guia prático do avaliador de laboratórios. Porto Alegre, fev. 2009, 32p.

ROA, D.B. **Nanofibras de carbono verticalmente alinhadas: estudo do crescimento por microscopia eletrônica de transmissão**. 2008. 135p. Dissertação (Mestrado em Ciências - Física) - Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2008.

RODHES, B.T. **Burning rate and flame heat flux for PMMA in the cone calorimeter**. 1994. 128p. (NIST-GCR-95-664). Dissertation (Master of Science) - University of Maryland, 1994.

ROKKE, P.E.; HUSTAD, J.E.; ROKKE, N.A.; SVENDSGAARD, O.B. Technology update on gas turbine dual fuel, dry low emission combustion systems. In: ASME TURBO EXPO 2003, Atlanta, GA. **Proceedings...** New York: ASME, 2003. v.2, p.97-107. ISBN 0791836851. (ASME GT-2003-38112).

ROSA, D. S.; FRANCO, B. L. M.; CALIL, M. R. Biodegradabilidade e propriedades mecânicas de novas misturas poliméricas. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v.11, n.2, p.82-88, abr.-jun. 2001. DOI: 10.1590/S0104-14282001000200010

ROSEMOUNT ANALYTICAL. **Oxygen analyzer**. Anaheim, CA, 1997a. 94p. Catálogo.

ROSEMOUNT ANALYTICAL. **Non-dispersive infrared analyzer**. Anaheim, CA, 1997b. 72p. Catálogo.

ROSEMOUNT ANALYTICAL. **NO/NOx analyzer**. Anaheim, CA, 1997c. 76p. Catálogo.

ROSEMOUNT ANALYTICAL. **Hydrocarbon analyzer**. Anaheim, CA, 1997d. 90p. Catálogo.

RUBBERPEDIA – Portal da Indústria da Borracha. **Negro de carbono**. Desenvolvido por Manuel Morato Gomes. Disponível em: <http://www.rubberpedia.com/negro-carbono.php> Acesso em: 10 mar. 2011.

SALVADOR, C. A. V.; BASTOS NETTO, D.; COSTA, F. S. Production and testing of paraffin grains for hybrid rockets. In: INTERNATIONAL CONGRESS OF MECHANICAL ENGINEERING, 19., COBEM, 2007, Brasília, DF. **Proceedings...** Rio de Janeiro: ABCM, 2007.

SALVADOR, C. V. **Investigação experimental de um propulsor híbrido para satélites e veículos espaciais usando parafina e  $N_2O_4$** . 2009. 179p. (INPE-15775-TDI/1498). Tese (Doutorado em Engenharia e Tecnologia Espaciais) - Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE), São José dos Campos, SP, 2009.

SANTOS, L. M. C., ALMEIDA, L.A.R, VERAS, C.A.G. Design and flight test of a paraffin based hybrid rocket. In: INTERNATIONAL CONGRESS OF MECHANICAL ENGINEERING, 18., COBEM, 2005, Ouro Preto, MG. **Proceedings...** Rio de Janeiro: ABCM, 2005.

SARON, C.; FELISBERTI, M. I. Ação de colorantes na degradação e estabilização de polímeros. **Química Nova**, v.29, n.1, p.124-128, 2006.

SIEGEL, R.; HOWELL, J. R. Configuration factors for surfaces transferring uniforme diffuse radiation. In: \_\_\_\_\_. **Thermal radiation heat transfer**. 3. ed. Washinton, D.C.: Taylor & Francis, 1992. p.189-252.

SPEARPOINT, M. J. **Predicting the ignition and burning rate of wood in the cone calorimeter using an integral model**. Gaithersburg, MD.: NIST, May 1999. 430p. (NIST GCR 99-775).

SPEARPOINT, M. J.; QUINTIERE, J. G. Predicting the piloted ignition of wood in the cone calorimeter using an integral model - effect of species, grain orientation and heat flux. **Fire Safety Journal**, v.36, n.4, p. 391-415, 2001.

SPIEGEL, M. R. Teoria da correlação. In: \_\_\_\_\_. **Estatística**. Rio de Janeiro: Mc Graw Hill, 1974. p.401- 445.

SPIEGEL, M. R. Mathematical handbook of formulas and tables. In: \_\_\_\_\_. **Formulas**. New York: Mc Graw Hill, 1990. Part I, p.189.

STECKLER, K. D. **Estimation of rate of heat release by means of oxygen consumption measurements**. Disponível em: <<http://www.google.com/search?hl=en&q=Estimation+of+rate+of+heat+release+by+means+of+oxygen+consumptions+measurements&rlz=>>>. Acesso em: 10 maio 2010.

STOLIAROV, S. I.; CROWLEY, S.; LYON, R. E.; LINTERIS, G. T. Prediction of the burning rates of non-charring polymers. **Combustion and Flame**. v.156, n.5, p.1068-1083, 2009. DOI 10.1016/j.combustflame.2008.11.010

STOLIAROV, S. I.; CROWLEY, S.; WALTERS, R.N.; LYON, R. E. Prediction of the burning rates of charring polymers. **Combustion and Flame**. v.157, n.11, p.2024-2034, Nov. 2010. DOI:10.1016/j.combustflame.2010.03.011

SUTTON, G. P. **Rocket propulsion elements**: an introduction to the engineering of rockets. 7.ed. New York: John Wiley, 2001. 764p. ISBN 0-471-32642-9.

TAKAHASHI, M. F. K.; DUTRA, R. C. L. ; DINIZ, M. F.; POLITO, W. L. Determinação de índices de hidroxila em polibutadienos hidroxilados e de grupos NCO em diisocianatos e pré-polímeros por espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v.6, n.4, 1996.

TAYLOR, R. Carbon blacks: production, properties and applications. In: MARSH, H.; HEINTZ, E. A.; RODRÍGUEZ-REINOSO, F. **Introduction to carbon technologies**. Alicante: Universidad, 1997. p.167-210. ISBN 84-7908-317-4.

UNIVERSIDAD DE CANTRABIA. **Fire safety research and technology**. Disponível em: <http://www.gidai.unican.es/infraestructuras.html>. Acesso em: 26 Nov. 2011.

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS (UNICAMP). **Estruturas moleculares**: Curso de estrutura e propriedades dos materiais. 12p. Disponível em: <http://www.fem.unicamp.br/~caram/ensino.htm> Acesso em: 15 Set. 2011.

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA (UFSC). Corantes: a química nas cores. **Revista Eletrônica do Departamento de Química QMCWEB**. Disponível em: <http://www.qmc.ufsc.br/qmcweb/artigos/dye/corantes.html> Acesso em: 4 jan. 2011.

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO (USP). Variação da resistência com a temperatura. **E-física** - ensino de física on-line. Disponível em: [http://efisica.if.usp.br/eletricidade/basico/corrente/var\\_resist\\_temperatura/](http://efisica.if.usp.br/eletricidade/basico/corrente/var_resist_temperatura/) Acesso em: 8 ago. 2010.

VAN WYLEN, G. J.; SONNTAG, R. E.; BORGNAKKE, C. **Fundamental of classical thermodynamics**. New York: John Wiley, 1994. 852p.

VIEIRA, R. **As nanofibras de carbono e a catálise**. São Luís, MA, 2007. Palestra realizada na Universidade Federal do Maranhão, em 2007. 40 transparências 25,4cm x 19,05cm.

WERNIMONT, E. J.; HEISTER, S. D. Progress in hydrogen peroxide oxidized hybrid rocket experiments. In: AIAA/ASME/SAE/ASEE JOINT PROPULSION CONFERENCE, 32., Lake Buena Vista, FL, 1996. **Proceedings...** Reston, VA: AIAA, 1996. (AIAA-96-2696).

WIKIPEDIA. **Eight allotropes of carbon.png**. Disponível em:  
[http://en.wikipedia.org/wiki/File:Eight\\_Allotropes\\_of\\_Carbon.png](http://en.wikipedia.org/wiki/File:Eight_Allotropes_of_Carbon.png)  
Acesso em: 7 dez. 2010.

WILSON, M.T.; DLUGOGORSKI, B.Z.; KENNEDY, E.M. Uniformity of radiant heat fluxes in cone calorimeter. In: INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON FIRE SAFETY SCIENCE, 7., 2002, Worcester, MA. **Proceedings...** London: International Association for Fire Safety Science, 2002. p.815-826. ISBN 0-9545348-0-8.

ZUCOLOTTO JR, C. G. **Geração de hidrogênio e negro de fumo pela pirólise do gás natural utilizando uma tocha de plasma**. 2006. 86p. Dissertação (Mestrado em Física) - Universidade Federal do Espírito Santo (UFES), Vitória, 2006.

## GLOSSÁRIO

Acelerador - Catalisador que altera a velocidade das reações dos polímeros sem alterar as suas propriedades (RABELLO, 2007).

Ajuste (de um instrumento de medição) - Operação destinada a fazer com que um instrumento de medição tenha desempenho compatível com o seu uso (INMETRO, 2007, p.42).

Avaliação do tipo A (da incerteza) - método de avaliação da incerteza pela análise estatística de séries de observações (INMETRO, 2003, p.3).

Avaliação do tipo B (da incerteza) - método de avaliação da incerteza por outros meios que não a análise estatística de séries de observações (INMETRO, 2003, p.3).

Calibração - Conjunto de operações que estabelece, sob condições especificadas, a relação entre os valores indicados por um instrumento de medição ou sistema de medição ou valores representados por uma medida materializada ou um material de referência, e os valores correspondentes das grandezas estabelecidos por padrões (INMETRO, 2007).

Cargas - Aditivo modificador de propriedade. Utilizado como reforçante ou enchimento (RABELLO, 2007).

Coeficiente de sensibilidade - Descreve como a estimativa de saída,  $G$ , varia com as alterações nos valores das estimativas das grandezas de entrada,  $X_i$ . (INMETRO, 2003, p.19).

Correção - Valor adicionado algebricamente ao resultado não corrigido de uma medição para compensar um erro sistemático (INMETRO, 2007, p.35).

Cura - Corresponde a mudança das propriedades físicas de uma resina por reação química, devida a ação de um catalisador e/ou calor. A cura da massa do propelente, ou seja, sua solidificação ocorre devido à formação de ligações cruzadas no polímero (CANEVAROLO, 2002).

Desvio padrão experimental - Para uma série de “n” medições de um mesmo mensurando, corresponde a grandeza “s”, que caracteriza a experimental dispersão dos resultados (INMETRO, 2007).

Erro (de medição) - Resultado de uma medição menos o valor verdadeiro do mensurando (INMETRO, 2007, p.31).

Erro aleatório - Resultado de uma medição menos a média que resultaria de um infinito número de medições do mesmo mensurando efetuadas sob condições de repetitividade (INMETRO, 2007, p.31).

Erro sistemático - Média que resultaria de um infinito número de “m” medições do mesmo mensurando, efetuadas sob condições de repetitividade, menos o valor verdadeiro do mensurando (INMETRO, 2007, p.32).

Exatidão de medição - Grau de concordância entre o resultado de uma medição e um valor verdadeiro do mensurando. Exatidão é um conceito qualitativo. O termo precisão não deve ser utilizado como exatidão (INMETRO, 2007, p.28).

Fator de abrangência - Fator numérico utilizado como um multiplicador da incerteza padrão combinada de modo a obter uma incerteza expandida. (INMETRO, 2003, p.3).



Fonte de incerteza - É qualquer fator que dá origem a dúvidas no resultado de um processo de medição (ALBERTAZZI; SOUSA, 2008, p.170).

Grandeza de base - Grandeza que, em um sistema de grandezas, é por convenção aceita como funcionalmente independente de outra grandeza (INMETRO, 2007, p.16).

Grandeza derivada - Grandeza definida, em um sistema de grandezas, como função de grandezas de base deste sistema (INMETRO, 2007, p.16).

Incerteza de medição - Parâmetro, associado ao resultado de uma medição, que caracteriza a dispersão dos valores que podem ser razoavelmente atribuídos a um mensurando (INMETRO, 2007, p.30).

Incerteza expandida - Grandeza que define um intervalo em torno do resultado de uma medição com o qual se espera abranger uma grande fração da distribuição dos valores que possam ser razoavelmente atribuídos ao mensurando (INMETRO, 2003, p.2).

Incerteza padrão - Incerteza do resultado de uma medição expressa como um desvio padrão (INMETRO, 2003, p.2).

Incerteza padrão combinada - Incerteza padrão do resultado de uma medição, quando este resultado é obtido por meio dos valores de várias outras grandezas, sendo igual a raiz quadrada positiva de uma soma de termos, que constituem as variâncias ou covariâncias destas outras grandezas, ponderadas de acordo com o quanto resultado da medição varia com mudanças nestas grandezas (INMETRO, 2003, p.2).

Instrumento de medição - Dispositivo utilizado para uma medição, sozinho ou em conjunto com dispositivo(s) (INMETRO, 2007, p.33).

Intercomparação laboratorial - Organização, execução e avaliação de ensaios ou calibrações de itens iguais ou semelhantes, ou de materiais por dois ou mais laboratórios de acordo com condições pré-determinadas (FAISON, 2006, p. 5, tradução nossa).

Ligações cruzadas - Ligações covalentes formadas entre duas cadeias poliméricas, que as mantêm unidas por força primárias, formando uma rede tridimensional (CANEVAROLO, 2002).

Materiais - Substância simples que compõem os produtos (NIST, 2010).

Material de referência - Material ou substância que tem um ou mais valores de propriedades que são suficientemente homogêneos e bem estabelecidos para ser usado na calibração de um aparelho, na avaliação de um método de medição ou atribuição de valores a materiais (INMETRO, 2007).

Medição - Conjunto de operações que tem por objetivo determinar um valor de uma grandeza (INMETRO, 2007, p.23).

Metrologia - Ciência da medição (INMETRO, 2007, p.23).

Padrão internacional - Padrão reconhecido por um acordo internacional para servir, internacionalmente, como base para estabelecer valores de outros padrões da grandeza a que se refere (INMETRO, 2007, p.53).

Padrão itinerante - Padrão, algumas vezes de construção especial, para ser transportado entre locais diferentes (INMETRO, 2007, p.55).

Padrão nacional - Padrão reconhecido por uma decisão nacional para servir, em um país, como base para atribuir valores a outros padrões da grandeza a que se refere (INMETRO, 2007, p.54).

Padrão de trabalho - Padrão utilizado rotineiramente para calibrar ou controlar medidas materializadas, instrumentos de medição ou materiais de referência (INMETRO, 2007, p.54).

Plastificante - Aditivo modificador de propriedade. Aumenta a flexibilidade de polímeros (RABELLO, 2007).

Procedimento de medição - Conjunto de operações, descritas especificamente, usadas na execução de medições (INMETRO, 2007, p.24).

Produto - Material comercial acabado (NIST, 2010).

Rastreabilidade - Propriedade do resultado de uma medição ou do valor de um padrão estar relacionado a referências estabelecidas, geralmente a padrões nacionais ou internacionais, através de uma cadeia contínua de comparações, todas tendo incertezas estabelecidas (INMETRO, 2007, p.55).

Regulagem (de um instrumento de medição) - Ajuste empregando somente os recursos disponíveis no instrumento para o usuário (INMETRO, 2007, p.42).

Repetitividade (de resultados de medições) - Grau de concordância entre os resultados de medições sucessivas de um mesmo mensurando efetuadas sob as mesmas condições de medição (INMETRO, 2007, p.28).

Reprodutibilidade - Grau de concordância entre os resultados das medições de um mesmo mensurando efetuadas sob condições variadas de medição (INMETRO, 2007, p.29).

Resultado corrigido - Resultado de uma medição, após a correção, devido aos erros sistemáticos (INMETRO, 2007, p.28).

Resultado de uma medição - Valor atribuído a um mensurando obtido por medição (INMETRO, 2007, p.27).

Sensor - Elemento de um instrumento de medição ou de uma cadeia de medição que é diretamente afetado pelo mensurando (INMETRO, 2007, p.37).

Sistema de medição - Conjunto completo de instrumentos de medição e outros equipamentos acoplados para executar a medição específica (INMETRO, 2007, p.35).

Temperatura inferida de resistência zero - É a temperatura de referência para uma resistência elétrica igual a  $0\ \Omega$  (UNICAMP, 2010).

Tendência - Estimativa do erro sistemático (ALBERTAZZI; SOUSA, 2008, p.47).


Unidade de medida - Grandeza específica, definida e adotada por convenção, com a qual mesma natureza são comparadas para expressar suas magnitudes em relação àquela grandeza (INMETRO, 2007, p.17).

Valor verdadeiro - Valor consistente com a definição de uma dada grandeza específica (INMETRO, 2007, p.21).

Valor verdadeiro convencional - Valor atribuído a uma grandeza específica e aceito, às vezes por convenção, como tendo uma incerteza apropriada para uma dada finalidade (INMETRO, 2007, p.21).

Verificação - É uma calibração simplificada utilizada para se testar se um sistema de medição, ou medida materializada, está em conformidade com uma dada especificação técnica (ALBERTAZZI; SOUSA, 2008).

## APÊNDICE A - PROCEDIMENTO PARA OPERAÇÃO DO CALORÍMETRO CÔNICO

	Procedimento para operação do calorímetro cônico do Laboratório Associado de Combustão e Propulsão do INPE	Procedimento Nº PI/LCP - 001	
		Revisão 00	Páginas 17

### Sumário

- 1 Objetivo
- 2 Âmbito
- 3 Referências
- 4 Ensaio
- 5 Anexo

### 1 Objetivo

Descrever a execução dos ensaios de determinação das características de inflamabilidade de materiais em um calorímetro cônico, por meio da limpeza do sistema, preparação da amostra, montagem do experimento, monitoramento do ensaio e coleta dos dados.

### 2 Âmbito

Este procedimento é aplicável ao calorímetro cônico do Laboratório Associado de Combustão e Propulsão (LCP) do Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE).

### 3 Referências

- Tese de doutorado intitulada: Características de inflamabilidade de materiais poliméricos com aplicação no setor aeroespacial;
- Manual da balança BG 4400 da DEHAKA;
- Manual do analisador de  $O_2$ , modelo 755A da ROSEMOUNT;
- Manual do analisador de  $CO_2$  e  $CO$ , modelo 880A da ROSEMOUNT;
- Manual do analisador de  $NO_x$ , modelo 951A da ROSEMOUNT; e
- Manual do analisador de  $UHC$ , modelo 400A da ROSEMOUNT.

### 4 Ensaio

#### 4.1 Limpeza do sistema de coleta dos gases

Antes do início dos ensaios todos os equipamentos/componentes que entram em contato com os gases resultantes da combustão dos materiais poliméricos, celulósicos, etc, devem ser devidamente limpos, para que não haja interferência nos ensaios subseqüentes. O esquema dos principais componentes deste sistema está apresentado na Figura A.1. São eles: anel coletor de gases (não visível, mas localizado na parte superior do calorímetro), kitassato, lavador de gases, banho térmico e conectores entre suas partes.

A seguir, é apresentada uma breve descrição do fluxo dos gases:

- a) seguindo o fluxo indicado pelas setas, os gases escoam pela tubulação 1, desde o anel de amostragem, até entrada do kitassato;
- b) saem do kitassato pela tubulação 2 e prosseguem até a entrada do lavador de gases, que se encontra imerso no banho térmico; e
- c) após a interrupção das reações, prosseguem para a tubulação de saída 3 do lavador de gases, onde são direcionados para os analisadores de gases, localizado na parte frontal do prédio de ensaios.

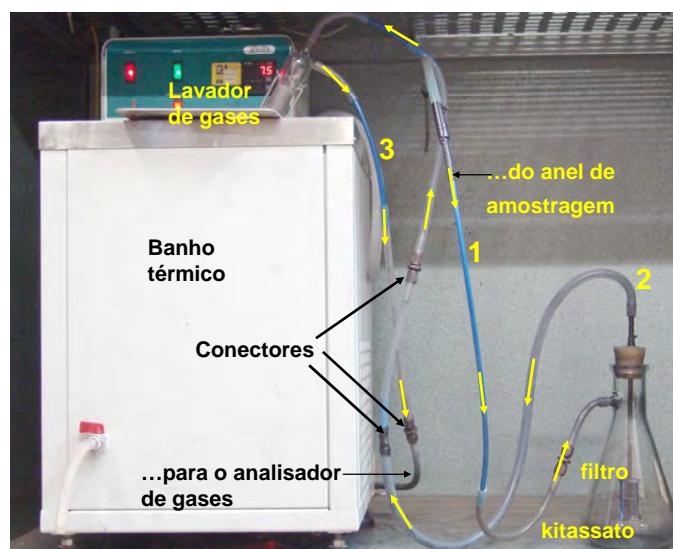


Figura A.1 - Esquema do sistema de coleta dos gases.

#### 4.1.1 Limpeza do anel de amostragem.

4.1.1.1 retirar os seis parafusos que fixam o anel de amostragem ao duto de escoamento horizontal, indicados na Figura A.2 (a), utilizando-se uma chave de fenda e uma chave de boca 5/16”;

4.1.1.2 afastar o anel de amostragem conforme Figura A.2 (b);

4.1.1.3 limpar o anel de amostragem com uma escova macia;

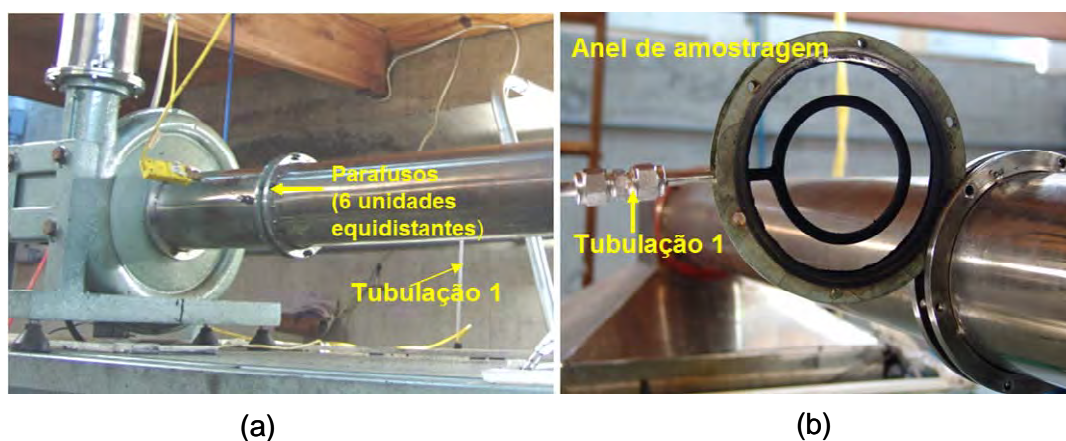


Figura A.2 - Duto de escoamento (a) e anel de amostragem (b).

4.1.1.4 direcionar a mangueira de pressão de ar, que se encontra no laboratório, na tubulação 1 (mangueira que corresponde à saída dos gases do anel de amostragem);

4.1.1.5 abrir a válvula de jato de ar, com cuidado, e segurar a mangueira com firmeza, pois a alta pressão de ar pode ocasionar movimentos abruptos na mangueira e a consequente perda de controle;

4.1.1.6 observar a saída da fuligem, conforme Figura A.3;

4.1.1.7 fechar a válvula da mangueira de pressão de ar; e

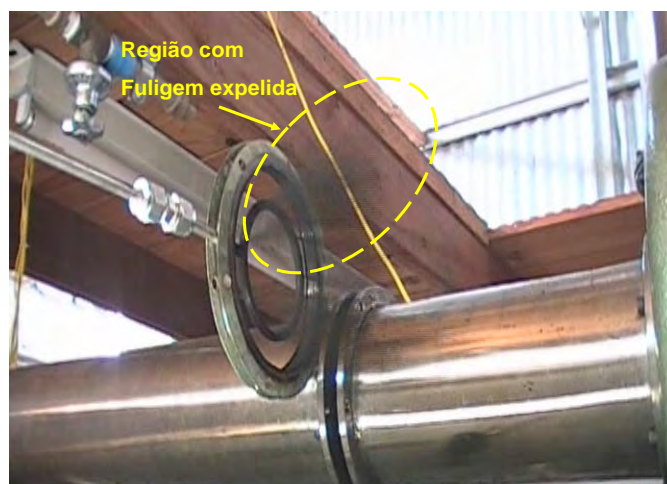


Figura A.3 - Fuligem removida do interior do anel de amostragem, pela aplicação de um jato de ar na tubulação 1.

4.1.1.8 comparar o estado inicial com o final, conforme Figura A.4 (a) e (b).



Figura A.4 - Anel de amostragem antes (a) e depois (b) da aplicação de jatos de ar.

#### 4.1.2 Limpeza do kitassato

4.1.2.1 direcionar a mangueira de pressão de ar, que se encontra no laboratório, para o interior do kitassato, saída do gás (2) da Figura A.5;



4.1.2.2 abrir a válvula de jato de ar, com cuidado, e segurar a mangueira com firmeza, pois a alta pressão de ar pode ocasionar movimentos abruptos na mangueira e a consequente perda de controle;

4.1.2.3 fechar a válvula da mangueira de pressão de ar;

4.1.2.4 direcionar a mangueira de pressão de ar, que se encontra no laboratório, na tubulação correspondente a entrada do gás (1), da Figura A.5;

4.1.2.5 abrir a válvula de jato de ar, com cuidado, e segurar a mangueira com firmeza, pois a alta pressão de ar pode ocasionar movimentos abruptos na mangueira e a consequente perda de controle;

4.1.2.6 fechar a válvula da mangueira de pressão de ar;

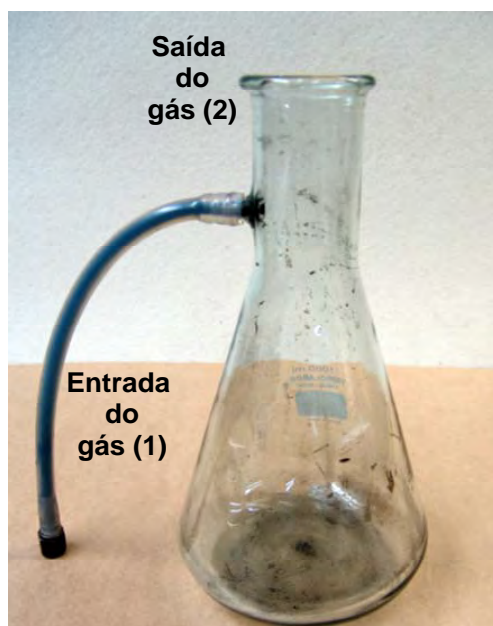


Figura A.5 - Entrada e saída do kitassato.

4.1.2.7 limpar o filtro de  $0,1 \mu m$  de malha com uma escova macia, conforme Figura A.6.



Figura A.6 - Limpeza do filtro do kitassato com uma escova.

4.1.2.8 direcionar a mangueira de pressão de ar, que se encontra no laboratório, na tubulação 2, conforme Figura A.7;

4.1.2.9 abrir a válvula de jato de ar, com cuidado, e segurar a mangueira com firmeza, pois a alta pressão de ar pode ocasionar movimentos abruptos na mangueira e a consequente perda de controle; e

4.1.2.10 fechar a válvula da mangueira de pressão de ar.



Figura A.7 - Jato de ar para limpeza do filtro do kitassato.

4.1.3 Limpeza do lavador de gases

4.1.3.1 retirar o lavador de gases do banho térmico, conforme Figura A.8;

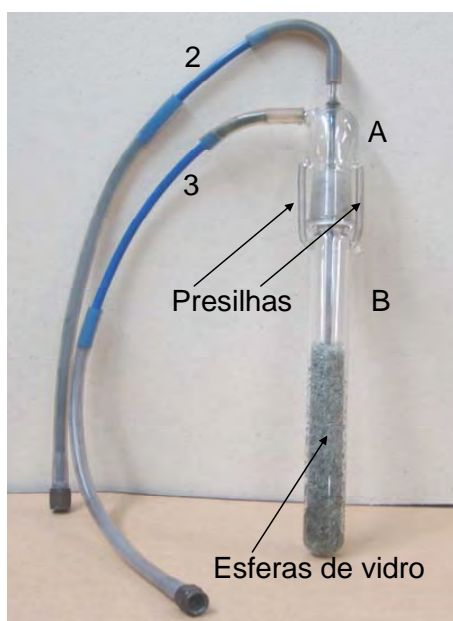


Figura A.8 - Lavador de gases, após um ensaio.

4.1.3.2 separar o componente superior A do inferior B, retirar as presilhas e as esferas de vidros, conforme Figura A.9;



Figura A.9 - Lavador de gases desmontado.

4.1.3.3 direcionar a mangueira de pressão de ar, que se encontra no laboratório na tubulação 2, do componente superior A;

4.1.3.4 abrir a válvula de jato de ar, com cuidado, e segurar a mangueira com firmeza, pois a alta pressão de ar pode ocasionar movimentos abruptos na mangueira e a consequente perda de controle;

4.1.3.5 fechar a válvula da mangueira de pressão de ar;  
4.1.3.6 repetir os itens 4.1.3.3, 4.1.3.4 e 4.1.3.5 para a tubulação 3;  
4.1.3.7 lavar e secar as esferas de vidros;  
4.1.3.8 lavar e secar o componente inferior B; e  
4.1.3.9 com todos os componentes limpos, remontar cada um das partes do conjunto, ou seja, o anel de amostragem, o kitassato e o lavador de gases, conforme Figura A.1.

#### 4.2 Preparação do cadinho

4.2.1 limpar as impurezas residuais do papel alumínio de 500 *mm* x 40 *mm* (nº 1), da placa cerâmica de 100 *mm* x 100 *mm* x 7,0 *mm* (nº 2) e do cadinho (nº 3), da Figura A.10;



Figura A.10 - Elementos do cadinho.

4.2.2 seguindo a sequência da Figura A.11, de (a) até (c):

- a) colocar o cadinho com a abertura voltada para baixo e a placa cerâmica apoiada na sua base;
- b) com uma fita colante metálica, prender a placa cerâmica ao cadinho em 4 (quatro) pontos e o papel alumínio na lateral do cadinho; e
- c) prender o papel alumínio na placa refratária (dobragem).

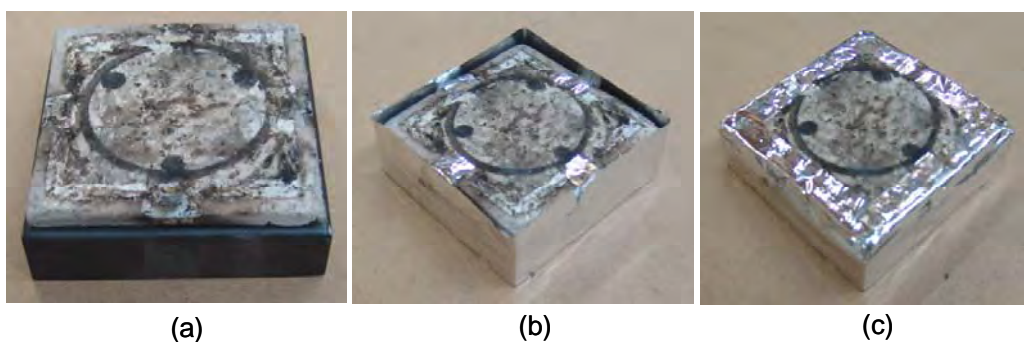


Figura A.11 - Placa cerâmica sobre a base do cadinho (a); placa cerâmica e papel alumínio fixados ao cadinho (b); e papel alumínio fixado a placa cerâmica.

#### 4.3 Preparação da amostra

A preparação das amostras deve seguir as orientações descritas no corpo da tese de doutorado intitulada: Características de inflamabilidade de materiais poliméricos com aplicação no setor aeroespacial. A Figura A.12 apresenta uma amostra de parafina no interior do cadinho pronta para ser ensaiada.



Figura A.12 - Amostra de parafina pronta para ensaio.

#### 4.4. Centralização da balança

A centralização da balança tem por objetivo garantir a centralização da amostra com o calorímetro (tronco de cone), Figura A.13.



- 4.4.1 colocar o disco (1) na parte superior do calorímetro (ambos são concêntricos);
- 4.4.2 colocar a haste (2) na parte superior e central do disco (1);
- 4.4.3 verificar o alinhamento frontal e lateral, da extremidade inferior da haste com o centro do suporte do cadinho (3), que por sua vez é concêntrico ao prato da balança.

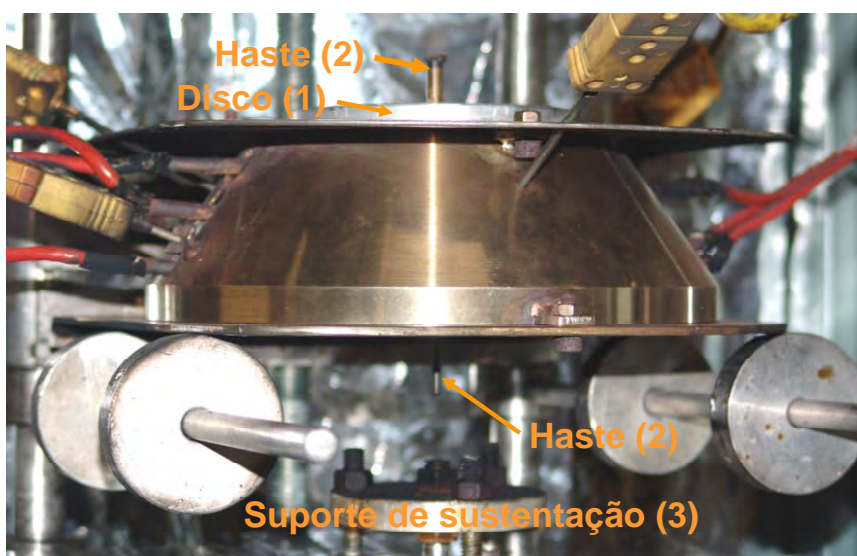


Figura A.13 - Centralização da balança.

#### 4.5 Utilização do ignitor externo

Caso o ensaio seja realizado com ignição externa, a preparação do ignitor deverá seguir o seguinte procedimento:

- 4.5.1 o ignitor, inicialmente na posição 1, Figura A.14, que é a região mais próxima da porta lateral, deverá ser rotacionado para o centro do calorímetro;

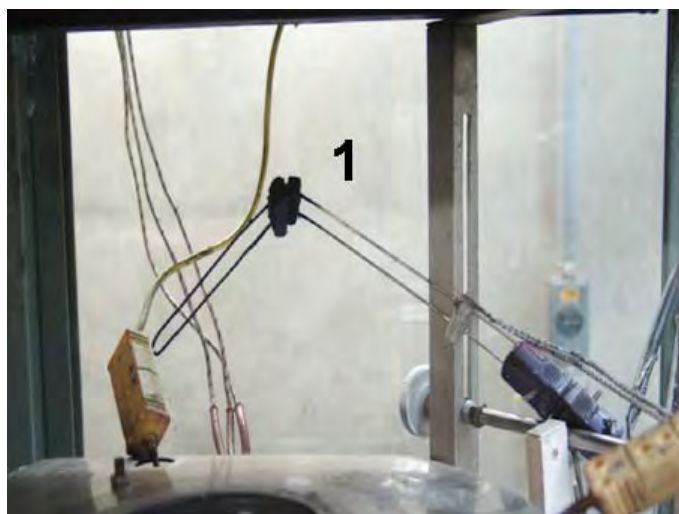


Figura A.14 - Posição inicial do ignitor.

4.5.2 acionar o barbante 1, a fim de tangenciar a haste do ignitor no cilindro previamente posicionado, posição 2, Figura A.15;

Obs: Há uma marca na parte superior do calorímetro que garante o posicionamento correto do cilindro e, conseqüentemente, da haste do ignitor.

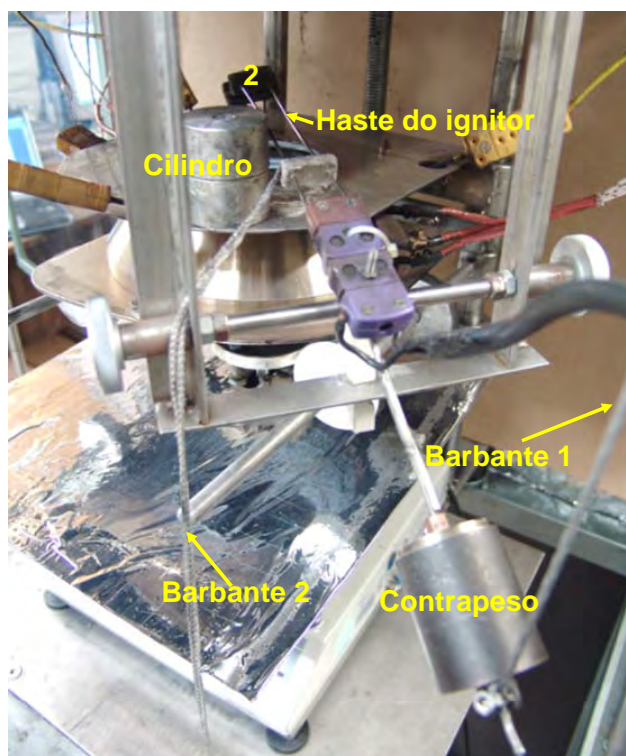


Figura A.15 - Esquema de centralização do ignitor externo.

4.5.3 retirar o cilindro;

4.5.4 reposicionar a haste da posição 2, para uma posição relativamente superior por intermédio da liberação do barbante 1;

Obs: a posição normal do ignitor é na parte superior, devido a ação de um contrapeso na sua extremidade oposta.

4.5.5 seleccionar o tempo de atuação e a intermitência do ignitor, por meio do dispositivo mostrado na Figura A.16;



Figura A.16 - Controlador da potência de ignição externa.

4.5.6 quando a amostra estiver sob a ação da energia radiante do calorímetro, após a retirada da placa refletora superior, acionar o barbante 1 para baixo, até a ponta da haste do ignitor tangenciar o topo do cadinho;

4.5.7 ligar o controlador da potência de ignição externa;

4.5.8 caso haja a ignição, provocar o movimento do ignitor para cima por meio da liberação do barbante 1 e, para fora da chama, através do acionamento barbante 2; e

4.5.9 desligar o controlador da potência de ignição externa.



## 4.6 Realização do ensaio

4.6.1 com o cadinho já centralizado no suporte de sustentação (3), da Figura A.13, levantar o calorímetro, conforme indicado na Figura A.17, e colocar a placa refletora (a) entre os roletes (b) e a base do calorímetro;

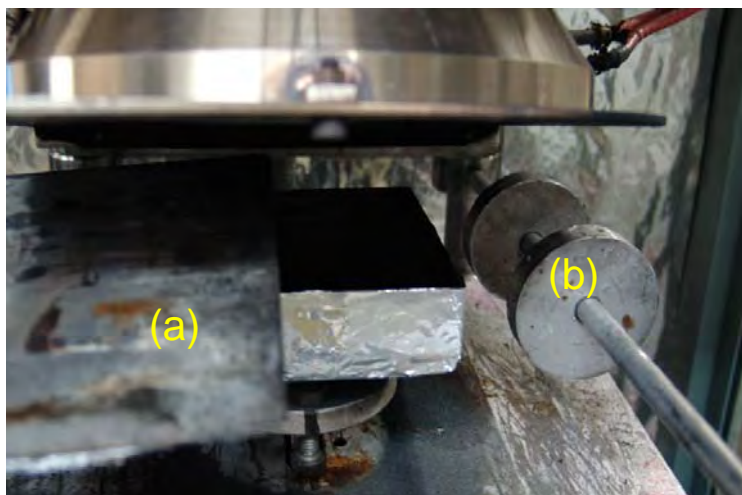


Figura A.17 - Placa refletora (a) e seus roletes de sustentação (b).

4.6.2 baixar o calorímetro conforme Figura A.18;

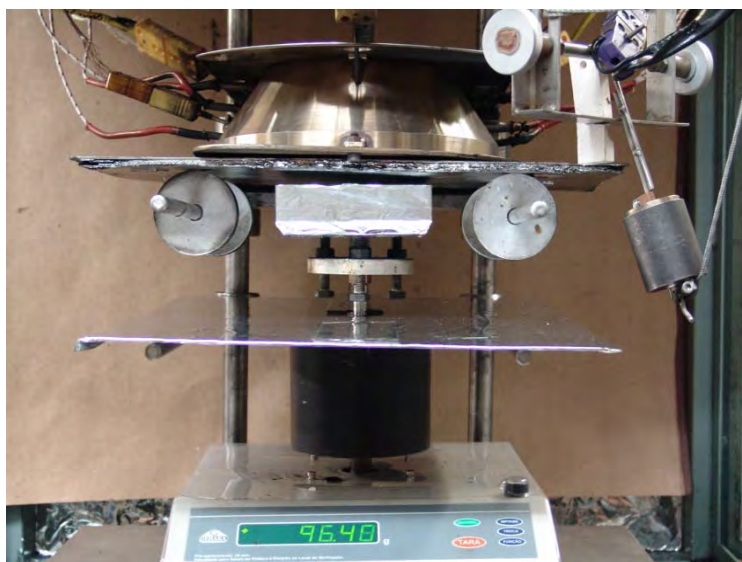


Figura A.18 - Amostra pronta para ser ensaiada.

4.6.3 ligar o inversor de frequência no botão 1, da Figura A.19;

4.6.4 ajustá-lo para 40% no botão 2;

Obs: o valor de 40%, determinado experimentalmente, corresponde a uma vazão volumétrica de  $0,020 \text{ m}^3/\text{s}$ . O Valor normatizado pela ASTM E 1354-03 (2003) é entre  $0,012$  e  $0,035 \text{ m}^3/\text{s}$ .



Figura A.19 - Inversor de frequência.

4.6.5 pressionar o botão 1 do controlador de potência, Figura A.20, até aparecer a função *auto*. Alguns segundos depois, a função *auto* deverá ciclar;

4.6.6 pressionar o botão 2, do controlador de potência, até aparecer a função *man*;

4.6.7 pressionar o botão 3, para selecionar o modo de potência;

Obs: os valores de potências e temperaturas em função da porcentagem foram obtidos experimentalmente e se encontram anexos a esse procedimento.



Figura A.20 - Controlador de potência

4.6.8 selecione o ícone 1 do lab view da Figura A.21, na área trabalho, e sequencialmente os botões 2 e 3;

4.6.9 selecione os botões 1 e 2 da Figura A.22;

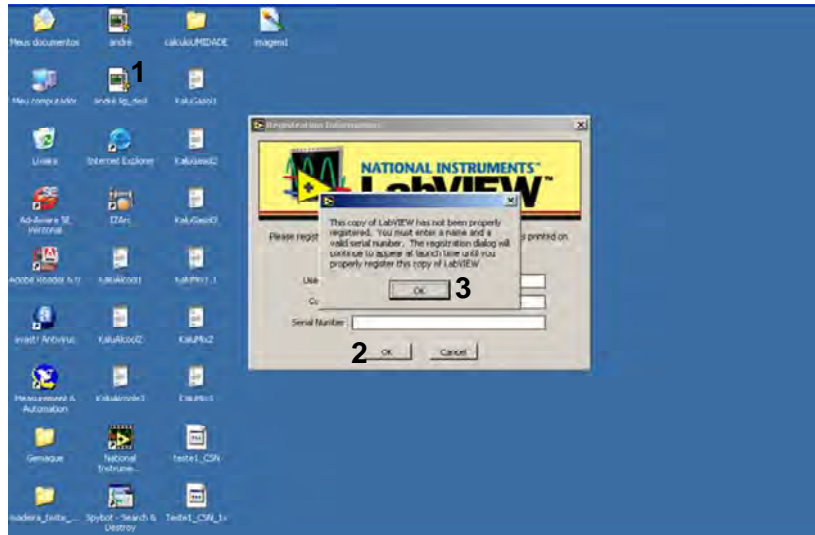


Figura A.21 - Área de trabalho do computador.



Figura A.22 - Tela de aquisição de dados de massa.

4.6.10 colocar os nomes dos arquivos nos campos disponíveis, que aparecerão na tela imediatamente após o item anterior;

Obs: As aquisições podem ser registradas a cada 1 s e 10 s.

4.6.11 pressionar o botão 2 da Figura A.20, até a potência desejada;

4.6.12 ao se atingir a temperatura relativa à potência desejada, retirar a placa refletora superior, localizada entre a base do calorímetro e a amostra;

4.6.13 em sintonia com o operador do analisador de gases (que fará o seu acionamento próprio) selecionar o botão 3 (OK), Figura A.22;

Obs: a luz verde 4 acenderá e se iniciará o registro da aquisição de massa, nesta tela. As aquisições das concentrações de gases e das temperaturas são feitas no computador localizado na parte frontal do prédio de ensaios do LCP.

4.6.14 Iniciar a filmagem, se aplicável;

4.6.15 no final do ensaio, em sintonia com o operador do analisador de gases (que fará o seu acionamento próprio), selecionar o botão 5 (STOP), Figura A.22, 1 minuto após o término da chama;

4.6.16 finalizar a filmagem, se aplicável

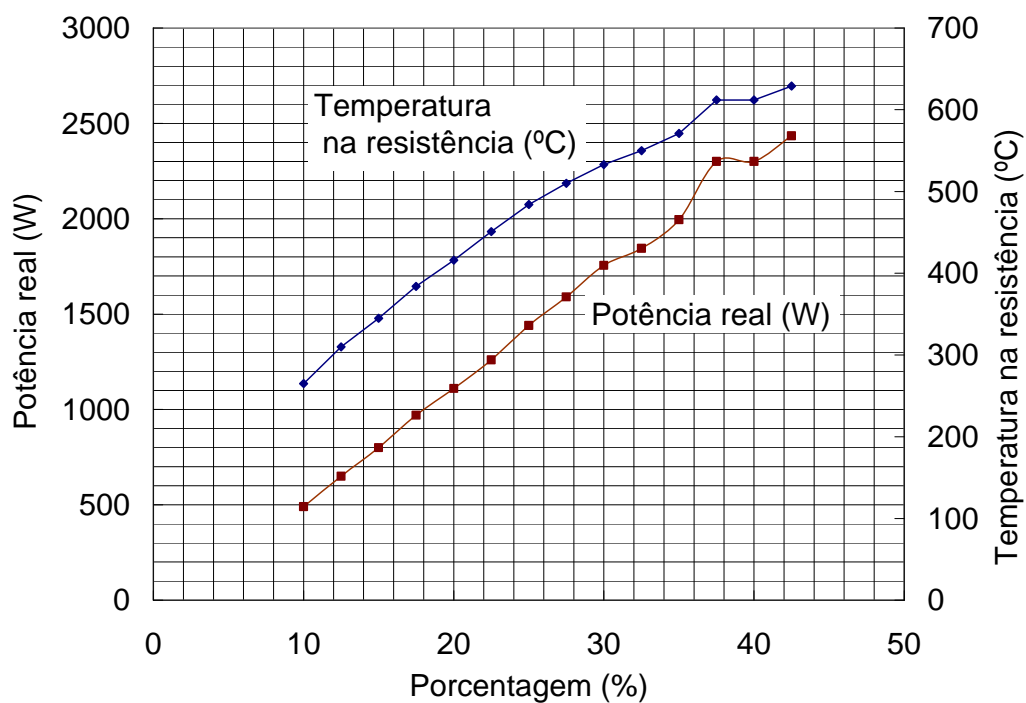
4.6.17 caso se pretenda iniciar outro ensaio, na sequência, o cadinho deve ser retirado para resfriamento utilizando um garfo de madeira conforme Figura A.23; e



Figura A.23 - Retirada do cadinho, imediatamente após o ensaio.

4.6.18 recuperar os dados dos computadores do laboratório (Bunker 5) e dos analisadores de gases, localizado na parte frontal do prédio de ensaios do LCP.

## 5 Anexo



Última verificação: 23/08/2010.



## APÊNDICE B - FATOR DE FORMA ENTRE O CALORÍMETRO CÔNICO E UMA SUPERFÍCIE DE ÁREA QUADRADA

### B.1 Radiação térmica e fator de forma

A radiação térmica é a radiação eletromagnética emitida por um corpo em função da sua temperatura. Quando dois corpos, 1 e 2, trocam calor por radiação, a troca líquida de calor é proporcional à diferença da quarta potência da temperatura termodinâmica das superfícies dos corpos. Assim,  $\dot{q} = \varepsilon \sigma F_{1-2} A_1 (T_1^4 - T_2^4)$ , onde  $\varepsilon$  é a emissividade do corpo 1,  $\sigma = 5,669 \times 10^{-8} \text{ W/(m}^2 \text{K}^4)$  é a constante de Stefan-Boltzmann,  $A_1$  é a área do corpo radiante 1,  $T_1$  e  $T_2$  são, respectivamente, as temperaturas dos corpos 1 e 2 e o fator de forma,  $F_{1-2}$ , indica a fração da energia irradiada pela superfície do corpo 1 e que atinge a superfície do corpo 2 (INCROPERA, 1990; HOLMAN, 2002).

O fator  $F_{1-2}$  é função da direção entre as áreas das superfícies dos corpos em questão. Portanto, uma mudança nas dimensões das áreas envolvidas ou na posição relativa dos corpos provocará uma variação deste fator e, conseqüentemente, da fração de energia irradiada que deixa um corpo e atinge o outro. A Figura B.1 mostra duas superfícies  $A_1$  e  $A_2$ , orientadas arbitrariamente, trocando calor por radiação.

Para determinação do fator de forma  $F_{1-2}$  entre as superfícies  $A_1$  e  $A_2$ , ou do fator de forma  $F_{2-1}$ , entre as superfícies  $A_2$  e  $A_1$ , consideram-se primeiramente elementos diferenciais de área  $dA_1$  e  $dA_2$ , também mostrados na Figura B.1. Os ângulos  $\theta_1$  e  $\theta_2$  são medidos entre as normais aos elementos de área  $dA_1$  e  $dA_2$  e o segmento de reta ligando os centros dos elementos de área.

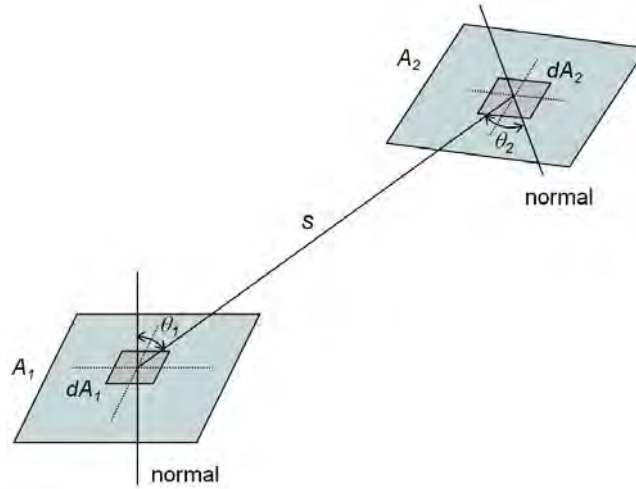


Figura B.1 - Duas superfícies,  $A_1$  e  $A_2$ , trocando calor por radiação em posições arbitrárias.

Segundo Siegel e Howell (1992) e Howell (1982) o fator de forma entre os dois elementos diferenciais  $dA_1$  e  $dA_2$ , é dado por:

$$dF_{d1-d2} = \frac{\cos \theta_1 \cos \theta_2}{\pi s^2} dA_2 \quad (B.1)$$

e, conseqüentemente, mostra-se que  $dA_1 dF_{d1-d2} = dA_2 dF_{d2-d1}$ . Para se obter o fator de forma entre um elemento de área  $dA_1$  para uma área finita  $A_2$ , integra-se a Equação B.1, obtendo-se:

$$F_{d1-2} = \int_{A_2} \frac{\cos \theta_1 \cos \theta_2}{\pi s^2} dA_2 \quad (B.2)$$

Verifica-se também que  $dA_1 F_{d1-2} = A_2 dF_{2-d1}$ . Integrando-se a Equação B.2 a partir da área finita  $A_1$ , obtém-se o fator de forma entre uma superfície finita  $A_1$  e uma superfície finita  $A_2$ :



$$F_{1-2} = \frac{1}{A_1} \int_{A_1} \int_{A_2} \frac{\cos \theta_1 \cos \theta_2}{\pi s^2} dA_2 dA_1 \quad (\text{B.3})$$

e verifica-se, também, a relação de reciprocidade,  $A_1 F_{1-2} = A_2 F_{2-1}$ .

## B.2 Fator de forma entre um calorímetro cônico e a superfície de uma placa de seção quadrada

Uma das condições imprescindíveis para a determinação da taxa de liberação de calor por unidade de área ( $\text{kw/m}^2$ ) é o conhecimento do fator de forma entre o calorímetro cônico e a superfície quadrada da amostra. Assim, Gemaque e Costa (2008) realizaram estudo teórico visando a determinação das variações dos fatores de forma causado por erros de posicionamento no processo de centralização da amostra.

A Figura B.2 mostra um esquema do calorímetro cônico e da superfície exposta do corpo de prova. Tem-se um quadrado de lado  $l$  situado a uma distância  $h_2$  da base do calorímetro cônico (tronco de cone). O eixo do tronco de cone é perpendicular ao quadrado e passa pelo seu centro. A base do tronco de cone tem raio  $R_2$  e o topo tem raio  $R_4$  e está a uma distancia  $h_4$  do quadrado.

Deseja-se calcular o fator de forma entre a superfície interna do tronco de cone  $A_3$  e o quadrado  $A_1$ . Para isso considera-se o problema inverso, ou seja, determina-se a fração da energia térmica emitida pelo quadrado que atinge o tronco do cone. É fácil verificar que,  $F_{1-3} = F_{1-2} - F_{1-4}$ . Utilizando a relação de reciprocidade  $A_1 F_{1-3} = A_3 F_{3-1}$ , obtém-se:

$$F_{3-1} = \frac{A_1}{A_3} (F_{1-2} - F_{1-4}) \quad (\text{B.4})$$

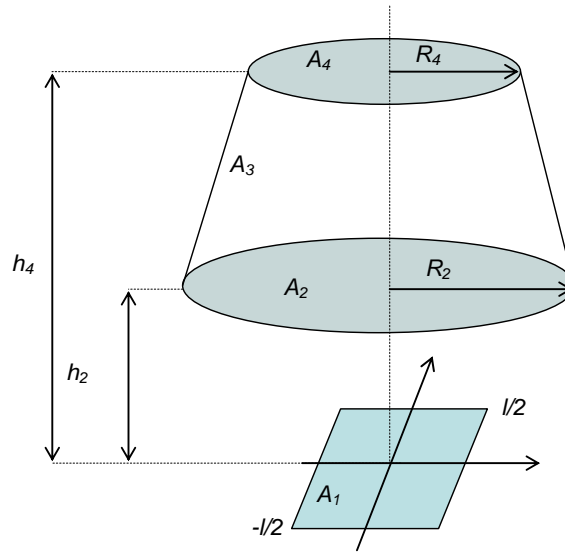


Figura B.2 - Esquema do calorímetro cônico e da superfície exposta do corpo de prova.

O problema agora se resume em determinar os fatores de forma entre o quadrado de lado  $l$  e os círculos de raios  $R_2$  e  $R_4$ . A Figura B.3 mostra um elemento de área de um quadrado emitindo radiação para um elemento de área de um círculo localizado a uma distância  $h$  do plano do quadrado. O elemento de área do círculo pertence a um anel de espessura infinitesimal  $dr$ .

Da Figura B.1, particularizada para a Figura B.3, tem-se que,  $\theta_1 = \theta_2$ , e portanto,  $\cos \theta_1 = \cos \theta_2$ , e além disso,  $\cos \theta_2 = h/s$ . Da Equação B.1 e dos argumentos anteriores:

$$F_{d1-d2} = \frac{\cos \theta_1 \cos \theta_2}{\pi s^2} dA_2 = \frac{\cos^2 \theta_2}{\pi s^2} dA_2 = \frac{h^2}{\pi s^4} dA_2$$

mas,  $dA_2 = r d\phi dr$ , que aplicada na equação anterior e considerando-se Equação B.2, tem-se:

$$F_{d1-2} = \int_{r=0}^R \int_{\phi=0}^{2\pi} \frac{h^2}{\pi s^4} r d\phi dr$$

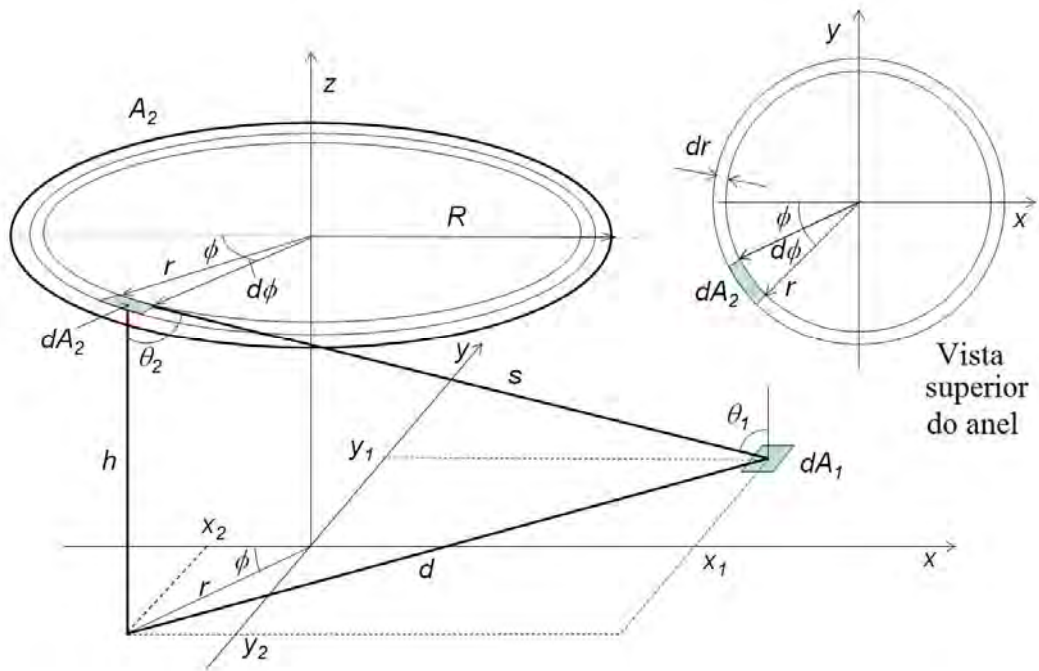


Figura B.3 - Fator de forma de um elemento de área  $dA_1$  para um elemento de área  $dA_2$ .

Da geometria do problema,  $s^2 = h^2 + d^2 = h^2 + (x_2 - x_1)^2 + (y_2 - y_1)^2$ ,  $x_2 = r \cos \phi$  e  $y_2 = r \sin \phi$ . Portanto,  $s^2 = h^2 + d^2 = h^2 + (r \cos \phi - x_1)^2 + (r \sin \phi - y_1)^2$  e, então:

$$F_{d1-2} = \int_{r=0}^R \int_{\phi=0}^{2\pi} \frac{h^2 r}{\pi [h^2 + (r \cos \phi - x_1)^2 + (r \sin \phi - y_1)^2]^2} d\phi dr$$

Pela Equação B.3 e pela geometria do problema:

$$F_{1-2} = \frac{4}{A_1} \int_{x_1=0}^{l/2} \int_{y_1=0}^{l/2} \int_{r=0}^{R_2} \int_{\phi=0}^{2\pi} \frac{h^2 r}{\pi [h^2 + (r \cos \phi - x_1)^2 + (r \sin \phi - y_1)^2]^2} d\phi dr dx_1 dy_1 \quad (B.5)$$

Analogamente:

$$F_{1-4} = \frac{4}{A_1} \int_{x_1=0}^{l/2} \int_{y_1=0}^{l/2} \int_{r=0}^{R_4} \int_{\phi=0}^{2\pi} \frac{h_4^2 r}{\pi [h_4^2 + (r \cos \phi - x_1)^2 + (r \sin \phi - y_1)^2]^2} d\phi dr dx_1 dy_1 \quad (B.6)$$

Substituindo as Equações B.5 e B.6 na Equação B.4, tem-se finalmente a equação para o fator de forma entre a área do tronco de cone do calorímetro,  $A_3$ , e o corpo de prova de seção quadrada,  $A_1$ :

$$F_{3-1} = \frac{4}{A_3} \left[ \int_{x_1=0}^{l/2} \int_{y_1=0}^{l/2} \int_{r=0}^{R_2} \int_{\phi=0}^{2\pi} \frac{h_2^2 r}{\pi [h_2^2 + (r \cos \phi - x_1)^2 + (r \sin \phi - y_1)^2]^2} d\phi dr dx_1 dy_1 - \right. \\ \left. \int_{x_1=0}^{l/2} \int_{y_1=0}^{l/2} \int_{r=0}^{R_4} \int_{\phi=0}^{2\pi} \frac{h_4^2 r}{\pi [h_4^2 + (r \cos \phi - x_1)^2 + (r \sin \phi - y_1)^2]^2} d\phi dr dx_1 dy_1 \right] \quad (B.7)$$

Para solução da Equação B.7, foi elaborado o programa abaixo na seção B.3, em linguagem MATLAB, que possibilitou estudar a distribuição de calor irradiado e a radiação térmica total incidente sobre as amostras, bem como permitiu analisar os efeitos de variações de posicionamento e de tamanho das amostras.

### B.3 Programa para determinação do fator de forma entre um calorímetro cônico para a superfície de uma placa de seção quadrada

```
clear; NR = 25; NF = 100; NX = 50; NY = 50;
R2 = 80; R4 = 40; h2 = 27; h4 = h2 + 65; L = 102;
dr2 = R2/NR; dr4 = R4/NR; df = 2*pi/NF; dx = L/NX/2; dy = dx;
r2 = 0:dr2:R2; r4 = 0:dr4:R4;
f = 0:df:2*pi; x = 0:dx:L/2; y = 0:dy:L/2;
fm = f + df/2;
xm = x + dx/2; ym = y + dy/2;
rm2 = r2 + dr2/2; rm4 = r4 + dr4/2;
```

```

ff2 = 0; ff4 = 0; ffdxdy2(1:NX,1:NY) = 0; ffdxdy4(1:NX,1:NY) = 0;
disp(['>>> L = ', num2str(L)]);
for i = 1:NX
    for j = 1:NY
        for k = 1:NR
            for l = 1:NF
                ndff2 = h2*h2/pi*rm2(k)*df*dr2;
                ddf2 = (h2*h2+(rm2(k)*cos(fm(l))-xm(i))^2+(rm2(k)*sin(fm(l))-
ym(j))^2)^2;
                dff2 = ndff2/ddf2;
                ff2 = ff2 + dff2;
                ffdxdy2(i,j) = ffdxdy2(i,j)+dff2 ;
                ndff4 = h4*h4/pi*rm4(k)*df*dr4;
                ddf4 = (h4*h4+(rm4(k)*cos(fm(l))-xm(i))^2+(rm4(k)*sin(fm(l))-
ym(j))^2)^2;
                dff4 = ndff4/ddf4;
                ff4 = ff4 + dff4;
                ffdxdy4(i,j) = ffdxdy4(i,j)+dff4 ;
            end
        end
        ffdxdy3(i,j) = ffdxdy2(i,j) - ffdxdy4(i,j);
    end
end
ff2 = 4/L/L*ff2*dx*dy;
disp(['Fator de forma do quadrado p/ circulo 2 (base do TC) = ' num2str(ff2)])
ff4 = 4/L/L*ff4*dx*dy;
disp(['Fator de forma do quadrado p/ circulo 4 (topo do TC) = ' num2str(ff4)])
ff13 = ff2 - ff4;
disp(['Fator de forma do quadrado p/ tronco de cone = ' num2str(ff13)])
z2 = (h4-h2)/(R2-R4)*R2;
z4 = z2 - h4 + h2;
atc = pi*(R2*sqrt(R2*R2+z2*z2) - R4*sqrt(R4*R4+z4*z4));
ff31 = L*L/atc*ff13;
disp(['Fator de forma do tronco do cone p/ quadrado = ' num2str(ff31)])
[c,h] = contour(ff3dxdy,'k'); clabel(c,h); axis square;
title(['distance = ' num2str(h2) ' mm'])

```



## APÊNDICE C - COEFICIENTE DE TEMPERATURA DA RESISTÊNCIA ELÉTRICA

Os condutores podem ter os seus valores nominais de resistência elétrica alterados devido o seu aquecimento por efeito Joule ou por uma fonte de calor externa. Dependendo do material esta variação pode ser crescente, decrescente ou zero. Na Figura C.1, são apresentados três tipos de curvas: uma curva crescente com comportamento quase todo linear, válida para os metais; uma curva decrescente, válida, por exemplo, para o carbono e o telúrio; e uma curva constante, válida, por exemplo, para o *constantan*, uma liga de níquel, cobre e zinco.

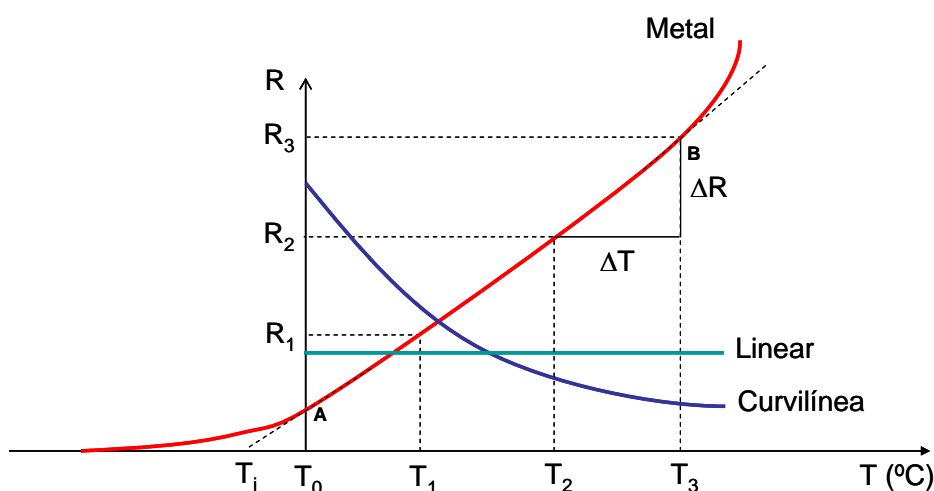


Figura C.1 - Tipos de variação da resistência elétrica com a temperatura do meio condutor.

Fonte: Adaptado de USP (2010).

No trecho linear da curva da resistência elétrica dos metais, pode-se escrever:

$$R = R_n(1 + \alpha_n(T - T_n)) \quad (C.1)$$

onde  $T$  é a temperatura da resistência,  $R$  a sua resistência associada,  $R_n$  é a resistência para a temperatura de referência  $T_n$  e  $\alpha_n$  é o coeficiente de temperatura da resistência.

Isolando-se  $\alpha_n$  da equação C.1 acima, tem-se:

$$\alpha_n = \frac{(R - R_n)}{(T - T_n)} \frac{1}{R_n} = \frac{\Delta R}{\Delta T} \frac{1}{R_n} \quad (\text{C.2})$$

Fazendo-se  $\Delta T = 1 \text{ } ^\circ\text{C}$ , tem-se  $\alpha_n = \frac{\Delta R}{R_n}$  e, usando 3 temperaturas de referência,  $T_1$ ,  $T_2$  e  $T_3$ , resulta em:

$$\alpha_1 = \frac{\Delta R_1}{R_1}, \alpha_2 = \frac{\Delta R_2}{R_2} \text{ e } \alpha_3 = \frac{\Delta R_3}{R_3} \quad (\text{C.3})$$

Para uma variação linear, tem-se que  $\Delta R_1 = \Delta R_2 = \Delta R_3$  para a mesma variação  $\Delta T$ . Da Figura C.1 tem-se que  $R_1 < R_2 < R_3$ , que associado à Equação C.3 implica em  $\alpha_3 < \alpha_2 < \alpha_1$ , donde se conclui que, o coeficiente de temperatura da resistência,  $\alpha_n$ , diminui com o aumento de temperatura de referência  $T_n$ .

Mesmo sem dados experimentais é possível determinar o coeficiente de temperatura da resistência para a temperatura de referência  $T_o = 0 \text{ } ^\circ\text{C}$  ( $n=0$ ). Assim, para a curva dos metais da Figura C.1 tem-se como ordenada o ponto  $(T_o = 0, R_A = R_o)$  e para a abscissa o ponto  $(T_i, R_i = 0)$  determinado pelo cruzamento da extrapolação da semi-reta AB e o eixo das abscissa. A temperatura  $T_i$  é conhecida como temperatura inferida de resistência zero, pois está associada à resistência  $R_i = 0 \text{ } \Omega$ .

Substituindo as referidas coordenadas na Equação C.2, tem-se

$$\alpha_0 = \frac{(0 - R_o)}{(T_i - 0)} \frac{1}{R_o} \quad (\text{C.4})$$



onde,  $R_0$  é a resistência de referência a 0 °C e  $\alpha_0$  o respectivo coeficiente de temperatura.

e portanto,

$$\alpha_0 = -\frac{1}{T_i} \quad (\text{C.5})$$

Na Tabela C.1 são apresentadas as temperaturas inferidas de resistência zero, para diferentes metais.

Tabela C.1 - Temperatura inferida de resistência zero de materiais condutores.

Material condutor	Temperatura inferida de resistência zero (°C)	Coeficiente de temperatura (1/°C)
Alumínio	-236	0,00424
Latão	-489	0,00208
Cobre recozido	-234,5	0,00427
Cobre duro	-242	0,00413
Ouro	-274	0,00365
Chumbo	-224	0,00466
Níquel-cromo	-2270	0,00044
Platina	-310	0,00323
Prata	-243	0,00412
Estanho	-218	0,00458
Tungstênio	-202	0,00495
Zinco	-250	0,00400

Fonte: Garcia (2010).



## APÊNDICE D - DETERMINAÇÃO DA VAZÃO MÁSSICA DOS PRODUTOS DA QUEIMA

A vazão mássica,  $\dot{m}_s$ , é igual ao produto da vazão volumétrica,  $\dot{Q}_s$ , pela massa específica da mistura,  $\rho_{mistura}$ . A vazão volumétrica pode ser obtida por meio da medida da variação de pressão,  $\Delta P$ , em uma placa de orifício.

Seja o esquema da Figura D.1, em que o fluido escoo da superfície 1 para a superfície 2 do volume de controle (VC). Um volume conhecido como *Vena Contracta* surge devido aos efeitos de inércia do fluido (região de recirculação). É admitido que: 1) Energia na forma de calor não é adicionada; 2) Não há trabalho realizado sobre o VC; 3) o escoamento é estacionário; 4) o escoamento é incompressível; e 5) o sistema é unidimensional.

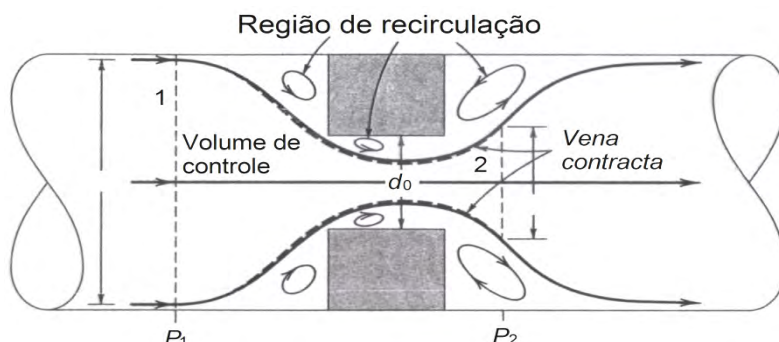


Figura D.1 - Perfil de uma placa de orifício.  
Fonte: Figliola e Beasley (2005, p. 395).

Pode-se verificar que a vazão volumétrica entre as superfícies consideradas é dada pela Equação D.1:

$$\dot{Q} = C F A_0 \sqrt{2 \Delta P_{placa} / \rho_{mistura}} \quad (D.1)$$

onde  $C$  é o coeficiente de descarga,  $F$  é o fator de aproximação, definido pela Equação D.2, e  $A_0$  é a área de escoamento da placa de orifício. O produto  $CF$  é conhecido como coeficiente de vazão.

$$F = 1/\left[1 - (A_0/A_1)^2\right]^{1/2} = 1/\left[1 - (d_0/d_1)^4\right]^{1/2} = 1/\left[1 - \beta^4\right]^{1/2} \quad (D.2)$$

O coeficiente de descarga  $C$  corresponde à razão entre a vazão real que escoar através do medidor e a vazão teórica. Ele depende dos efeitos causados pelo atrito e pela *vena contracta* e, portanto, é uma função do Número de Reynolds ( $Re$ ) e da razão  $\beta$ , entre os raios  $d_0$  e  $d_1$ .

Para determinação da densidade absoluta ou massa específica de uma mistura de  $N$  espécies gasosas, pode-se utilizar as equações:

$$\rho_{mistura} = \sum_{j=1}^N X_j \rho_j \quad (D.3)$$

$$\rho_j = P_{1j} \times M_j / R_0 \times T_{1j} \quad (D.4)$$

onde,

$j$  = espécie envolvida

$\rho_j$  = massa específica da espécie  $j$ ,  $kg/m^3$

$X_j$  = fração molar da espécie  $j$ , adimensional

$P_{1j}$  = pressão da espécie  $j$  na seção de entrada 1,  $Pa$

$T_{1j}$  = temperatura da espécie  $j$  na seção de entrada 1,  $K$

$M_j$  = massa molar da espécie  $j$ ,  $kg/kg-mol$

O coeficiente de vazão  $K_o = CF$ , para placas com orifício de bordo quadrado, pode ser estimado com o auxílio da Figura D.2.

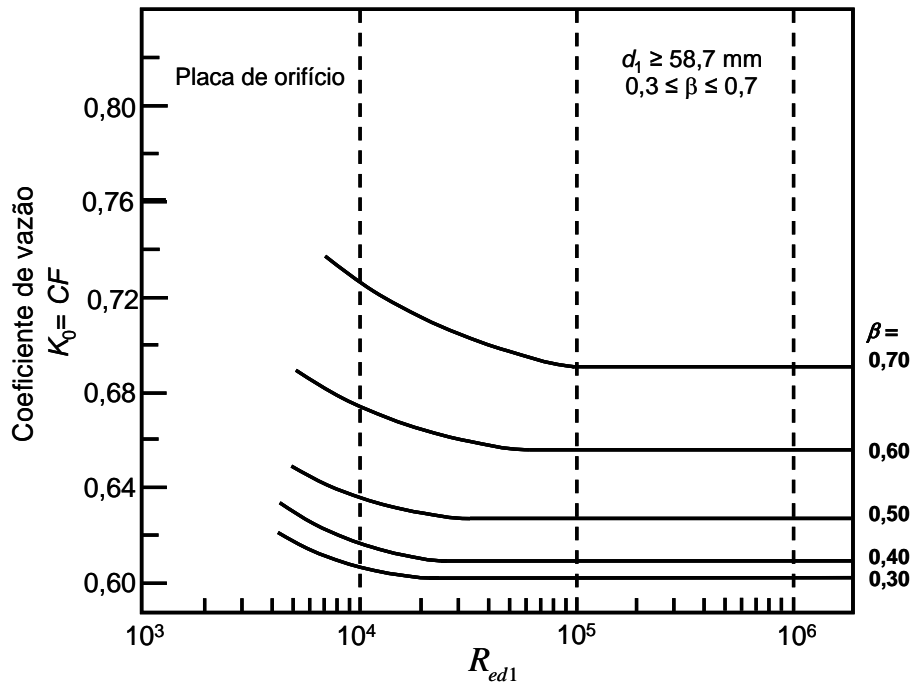


Figura D.2 - Coeficientes de vazão para uma placa de orifício.  
Fonte: Figliola e Beasley (2005, p. 398).

Para valores de  $\beta$  (ordenada da direita), considera-se inicialmente um número de Reynolds,  $R_{ed1}$ , na faixa constante e assim obtém-se  $K_o = CF$  (ordenada de esquerda). Com estes resultados determina-se,  $\dot{Q}$ , pela Equação D.1 e o número de Reynolds,  $R_{ed1}$ , pela Equação D.5 abaixo. Com o resultado de  $R_{ed1}$  verifica-se o valor de  $CF$  na Figura D.2. Caso haja concordância com o valor atribuído anteriormente o processo se encerra, caso contrário novo valor de  $CF$  deverá ser estimado (processo iterativo).

$$R_{ed1} = 4\dot{Q}/\pi D_1 \nu_{mistura} \quad (D.5)$$

Para determinação do Número de Reynolds é necessária a determinação da viscosidade cinemática da mistura,  $\nu_{mistura}$ , que por sua vez, depende da viscosidade dinâmica da mistura,  $\mu_{mistura}$ :

$$\nu_{mistura} = \mu_{mistura} / \rho_{mistura} \quad (D.6)$$

A determinação da viscosidade absoluta da substância,  $\mu_t$ , pode ser realizada pela fórmula de Sutherland (DELMÉE, 1982, p. 113):

$$\mu_t = \mu_0 (273 + t/273)^{3/2} \times (273 + C_n) / (273 + C_n + t) \quad (D.7)$$

onde,

$\mu$  = viscosidade absoluta à temperatura T,  $\mu\text{poise}$

$\mu_0$  = viscosidade absoluta a 0 °C,  $\mu\text{poise}$

$C_n$  = número de Sutherland

$t$  = temperatura, °C

1  $\mu\text{poise}$  equivale a  $10^{-7} \text{ Pa.s (kg/ms)}$ .

A determinação da viscosidade absoluta da mistura,  $\mu_{mistura}$ , pode ser realizada por meio da fórmula de Herning-Zipperer (DELMÉE, 1982, p. 113):

$$\mu_{mistura} = \frac{X_1 \mu_1 \sqrt{M_1 T_{c1}} + X_2 \mu_2 \sqrt{M_2 T_{c2}} + \dots + X_n \mu_n \sqrt{M_n T_{cn}}}{X_1 \sqrt{M_1 T_{c1}} + X_2 \sqrt{M_2 T_{c2}} + \dots + X_n \sqrt{M_n T_{cn}}} \quad (D.8)$$

onde,

$n$  = espécie envolvida

$\mu_{mistura}$  = viscosidade absoluta da mistura,  $\mu\text{poise}$

$\mu_n$  = viscosidade absoluta da espécie  $n$ ,  $\mu\text{poise}$

$X_n$  = fração molar da espécie  $n$ , adimensional

$M_n$  = massa molar da espécie  $n$ , g/gmol

$T_{Cn}$  = Temperatura crítica da espécie  $n$ , K

1  $\mu\text{poise}$  equivale a  $10^{-7} \text{ Pa.s (kg/ms)}$

Na Tabela D.1, são apresentados as propriedades dos gases que participam na determinação de  $\mu_{mistura}$ .

Tabela D.1 - Propriedades das espécies resultantes do processo de combustão.

Gás	Número de Sutherland ( $C_n$ )	Viscosidade absoluta a 0 °C ( $\mu_o$ ), $\mu\text{poise}$	Temperatura crítica ( $T_{Cn}$ ), $K$	Massa molar ( $M$ ), $g/gmol$	Limites de utilização (°C)
$O_2$	125	192	154	32	15 a 830
$CO_2$	213	138	304	44	300 a 825
$CO$	101	166	134	28	20 a 280
$N_2$	105	166	126	28	20 a 825





## **APÊNDICE E - POLÍMEROS E ADITIVOS**

### **POLÍMEROS**

Polímeros naturais, derivados de animais e plantas, têm sido usados desde a antiguidade em aplicações cotidianas, a exemplo da madeira, algodão, lã, etc. Com o surgimento da tecnologia e da ciência da química orgânica, a partir da segunda metade do século XIX, pode-se sintetizar artificialmente materiais poliméricos. Nessa mesma época, começaram a surgir polímeros modificados a partir de materiais naturais.

No início do século XX os processos de polimerização começaram a ser viabilizados, permitindo a síntese plena de polímeros. Tais processos têm sido aperfeiçoados desde então, colaborando para a obtenção de materiais plásticos, borrachas e resinas cada vez mais sofisticadas e baratas.

Nos dias atuais, é extremamente ampla a quantidade de produtos que utilizam os polímeros como matéria prima, que vai desde uma simples garrafa de refrigerante a estruturas de residências, ou então em aplicações nos setor aeroespacial como: propelentes de foguetes, revestimento de aeronaves, proteção térmicas de motores de foguetes, etc.

Ironicamente, o que seria a grande solução para a vida diária tem se tornado um dos maiores problemas mundiais, por conta da grande quantidade de detritos produzidos pelos diversos segmentos da sociedade (COUTINHO, et al., 2004). Uma das alternativas que vem ganhando destaque para minimizar o impacto ambiental causado pelos polímeros convencionais é a utilização de materiais biodegradáveis, as quais requerem melhorias nas suas propriedades mecânicas. De fato, pesquisas neste sentido têm sido realizadas com resultados satisfatórios, onde se tem obtidos novos materiais para aplicações menos poluidora e mais baratas (ROSA, et al., 2001).

Por definição, os polímeros são materiais orgânicos ou inorgânicos com massa molar acima de 10.000 *g/mol* podendo chegar a 10.000.000 *g/mol*, com estrutura formada da repetição de pequenas unidades chamadas de meros. Consistem de macromoléculas formadas pela união de moléculas simples ligadas por ligação covalente (CANEVAROLO, 2002).

Na Figura E.1 (a) tem-se a representação dos meros que compõe o polímero e na Figura E.1 (b) o seu monômero, que é uma molécula formada por um único mero.

Os polímeros são chamados homopolímeros quando apresentam na sua estrutura apenas um tipo de mero, e copolímero quando são dois ou mais tipos de meros.

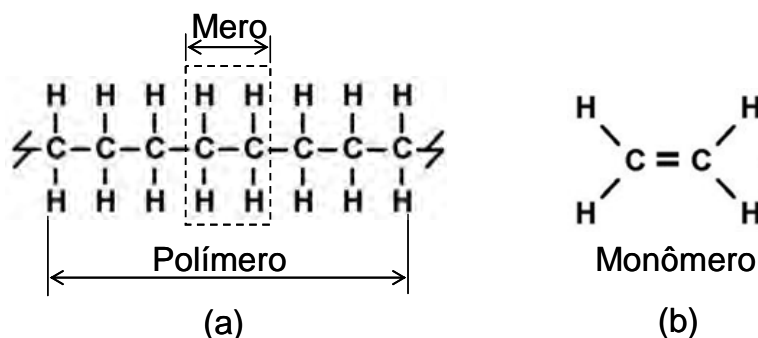


Figura E.1 - Molécula de polímero e mero (a) e monômero (b).  
Fonte: Adaptado de Callister (2007, p. 359).

## 1 Fontes de matérias-primas

Segundo Canevarolo (2007, p.30), há três grandes grupos para fornecimento da matéria prima, a ser convertida em monômero e, em seguida, em polímero:

a) Produtos naturais: celulose e a borracha natural são fontes naturais de macromoléculas que ao sofrerem um processo de polimerização possibilitam a síntese de polímeros comerciais;

b) Carvão mineral: o carvão mineral ao sofrer uma destilação seca pode fornecer o gás de *hulha* (tipo de carvão mineral) e o coque utilizado na obtenção do etileno e, em seguida, do polietileno. Outros produtos decorrentes desta destilação podem ser a amônia, para a produção de agente de cura para a resina epóxi e o alcatrão, que é utilizado na produção do poliestireno (PS); e

c) Petróleo: O petróleo é a fonte mais importante. A partir da destilação fracionada do óleo cru obtém-se, entre outros produtos, a NAFTA, que após um processo de pirólise e catálise dão origem as moléculas insaturadas (há ligações duplas ou triplas) de eteno, buteno, etc. Em seguida esses produtos são polimerizados dando origem aos produtos finais por técnicas específicas de fabricação, Figura E.2.

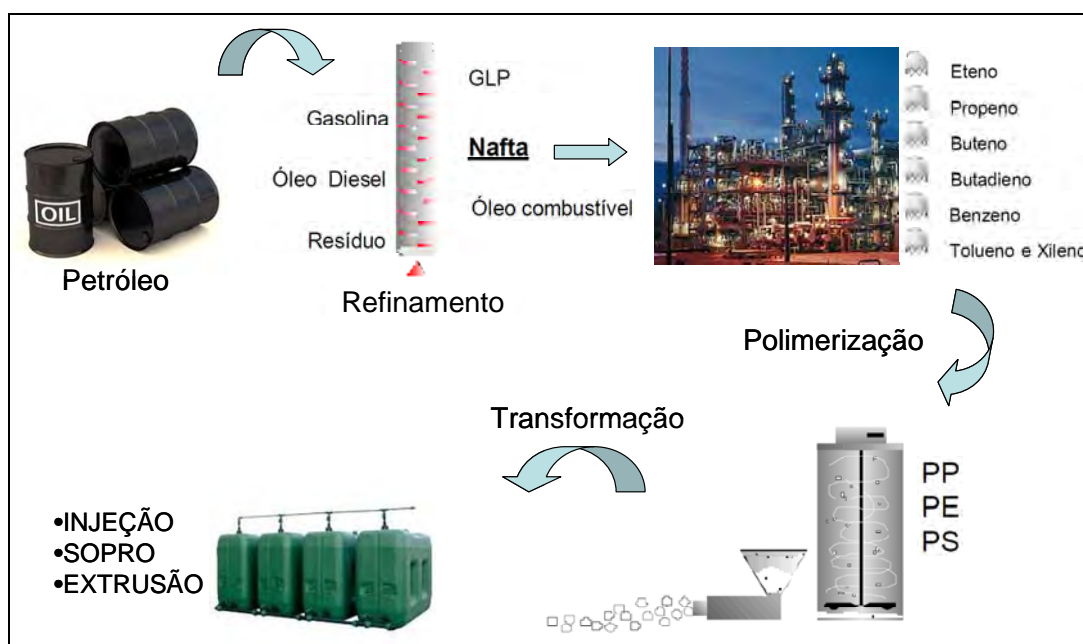


Figura E.2 - Ciclo de produção de polímeros a partir do petróleo.  
Fonte: Adaptado de Becker (2011).

## 2 Massa molar

Para que uma molécula de baixo peso molecular produza polímero é necessário que a sua funcionalidade ( $f$ ), ou seja, pontos reativos passíveis de reação em condições favoráveis, seja pelo menos igual a 2. Duas moléculas

monofuncionais dão origem a apenas uma ligação com a molécula resultante, também pequena, Equação E.1. Na Equação E.2, tem-se um exemplo de funcionalidade igual a 2, na qual se verifica o mecanismo de formação de polímero.



Os polímeros possuem cadeias dos tamanhos mais variados possíveis, o que lhe confere valores de massas molares distintas. Isso ocorre porque cada cadeia possui um crescimento independente e diferente durante o processo de polimerização, de forma que seus comprimentos variam em torno de uma média.

O índice que exprime o número de unidade de repetições de cada cadeia polimérica é conhecido como grau de polimerização (GP).

Portanto, falar de massa molar só tem sentido do ponto de vista médio (massa molar média,  $\overline{MM}$ ). A sua determinação se faz por meio do produto do grau de polimerização médio pela massa molar do mero, conforme Equação E.3:

$$\overline{MM} = \overline{GP} \times MM_{mero} \quad (E.3)$$

É verificado que uma molécula com massa molar média,  $\overline{MM}$ , entre 1.000 e 10.000 (oligômero) varia significativamente as suas propriedades físicas e, vice-versa, maiores massas molares implicam em menores variações dessas propriedades, Figura E.3.

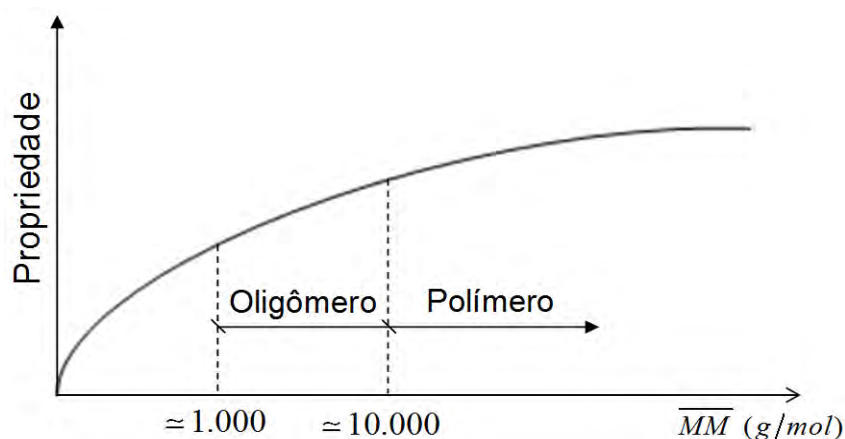


Figura E.3 - Variação assintótica das propriedades físicas dos polímeros com respeito a sua massa molar.

Fonte: Adaptado de Canevarolo (2002, p. 21).

### 3 Forças moleculares

Há dois tipos de ligações em polímeros: a primária ou intramolecular e a secundária ou intermolecular, que geram as forças intramoleculares (fortes) e as forças intermoleculares (fracas), respectivamente.

#### *Ligações moleculares primárias ou intramolecular*

As cadeias poliméricas são formadas por um conjunto de meros unidos por ligações primárias fortes, normalmente do tipo covalente. Estas são chamadas de intramoleculares, pois se referem às ligações dentro de uma mesma molécula e são responsáveis pela sua estrutura química e estabilidade.

Enquanto que na ligação iônica há transferência de elétrons, na ligação covalente há o compartilhamento de um ou mais elétrons entre átomos, determinando as forças intramoleculares, que envolve pequenas distâncias e grandes energias. A ordem de grandeza dessas forças é de 30 a 220 *kcal/mol* (125,4 a 919,6 *kJ/mol*) e a distância das ligações na ordem 1,16 a 1,48 Å (Å=10<sup>-10</sup> m).

### *Ligações moleculares secundárias ou intermolecular*

As ligações moleculares secundárias ou intermoleculares, por sua vez, ocorrem por meio da atração fraca de segmentos de cadeias poliméricas distintas, ou segmentos da mesma cadeia, que aumentam com a presença de grupos polares e diminuem com o aumento da distância entre moléculas, sendo responsáveis pelas propriedades físico-químicas das moléculas (temperatura de fusão, cristalinidade, solubilidade, etc) (CANEVAROLO, 2002, p. 39).

As ligações intermoleculares apresentam energias de ligação em torno de 5 *kcal/mol* (20,9 *kJ/mol*) e distâncias de 3,0 Å ( $\text{Å}=10^{-10} \text{ m}$ ), portanto, em média, o dobro da distância e 1/20 das forças das ligações primárias ou intramoleculares.

Há dois tipos de forças intermoleculares: as forças de Van der Waals e pontes de hidrogênio.

a) As forças de Van der Waals são subdivididas em: interação dipolo-dipolo, interação dipolo-dipolo induzido e forças de dispersão.

Inicialmente, verifica-se que a polaridade das moléculas depende de dois fatores: a eletronegatividade e o momento de dipolo.

Quando átomos de diferentes eletronegatividade se unem por ligação covalente, os elétrons são atraídos pelo mais eletronegativo, formando um dipolo, ou seja, dois pólos, representado pelo vetor momento de dipolo ( $\vec{\mu}$ ). Neste caso, quando há dipolaridade a molécula é conhecida como polar, caso contrário, apolar.

Quando a geometria favorece, a molécula pode apresentar o vetor momento de dipolo. Na Figura E.4, tem-se um exemplo de uma molécula apolar (a) e polar (b) (PERUZZO, 1993).

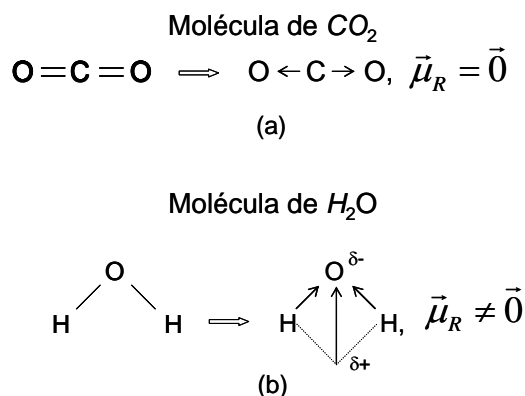


Figura E.4 - Vetor momento de dipolo de uma molécula apolar(a) e polar (b).  
Fonte: Adaptado de Peruzzo (1993, p. 160).

#### *Interação dipolo-dipolo*

Quando dois dipolos de sinais opostos se aproximam uma força de atração surge entre eles. A energia é na ordem 2 a 9 *kcal/mol* (8,4 a 37,6 *kJ/mol*) e distâncias entorno de 3 a 5 Å. Na Figura E.5, tem-se o grupo CN da Poliacrilonitrila (PAN).

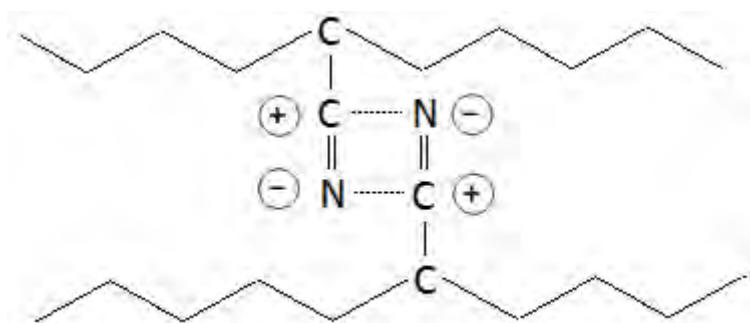


Figura E.5 - Interação dipolo-dipolo de moléculas de PAN.  
Fonte: Canevarolo (2002, p. 39).

### *Interação dipolo-dipolo induzido*

Ocorre devido o desbalanceamento de cargas provocado por uma molécula permanente ao se aproximar de outra molécula. Aparece, portanto, uma força secundária fraca que é pouco comum aos polímeros, pois se existir um dipolo permanente ele estará no mero e, portanto, em toda a cadeia polimérica convergindo para a situação anterior, interação dipolo-dipolo.

### *Forças de dispersão*

Comum em moléculas apolares. Decorre de uma distorção instantânea da nuvem eletrônica de uma molécula. O pólo positivo desse dipolo atrai os elétrons da molécula vizinha provocando nela outro dipolo (o dipolo induzido), que mantém as moléculas unidas, Figura E.6. Este tipo de interação explica as forças de atração das cadeias alifáticas (abertas) nas poliolefinas (formula química,  $C_nH_{2n}$ ), que são apolares, permitindo o estado sólido do polietileno.

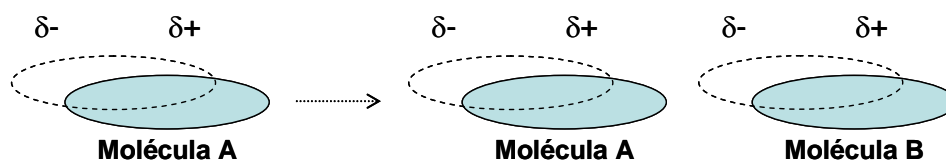


Figura E.6 - Forças de dispersão.

Fonte: Adaptado de Peruzzo (1993, p. 166).

### b) Pontes de hidrogênio

Entre as forças secundárias, a mais forte é da ponte de hidrogênio, Figura E.7, pois ocorre entre moléculas que possui o  $H$  (hidrogênio) ligados a um dos seguintes átomos:  $F$  (flúor),  $O$  (oxigênio),  $N$  (nitrogênio) ou  $Cl$  (cloro) que são extremamente eletronegativos.



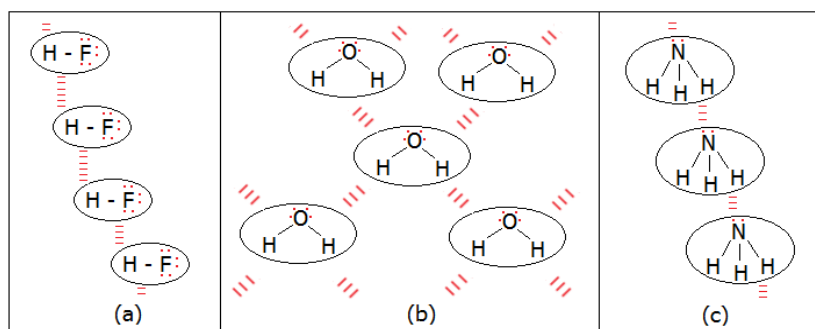


Figura E.7 - Pontes de hidrogênio no  $HF$  (a);  $H_2O$  (b); e  $NH_3$  (c).  
Fonte: Peruzzo (1993, p. 165).

A presença das pontes de hidrogênio explica, por exemplo, a temperatura de fusão do *nylon*, 130 °C acima da temperatura do polietileno que possui somente as forças secundárias do tipo dispersão.

#### 4 Tipos de cadeias

Cadeias lineares

É aquela em que os meros estão unidos entre si, em uma única cadeia, Figura E.8. É formada a partir da polimerização de monômeros bifuncionais. O polietileno é um tipo comum formado por este tipo de cadeia.

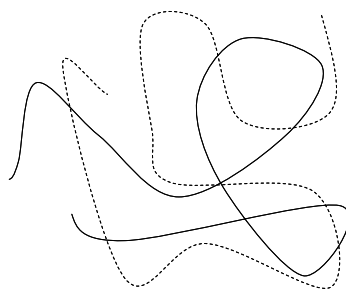


Figura E.8 - Representação esquemática das cadeias lineares abertas.  
Fonte: Adaptado de Canevarolo (2002, p. 42).

## Cadeias ramificadas

As cadeias ramificadas se caracterizam por ter na cadeia principal ramificações que podem ser constituídas do mesmo mero ou meros distintos e de tamanhos variados (longas e curtas) e podem apresentar as seguintes arquiteturas:

### *Arquitetura estrelada*

É formada por várias ramificações que partem do mesmo ponto central. O número de braços pode variar de 4 a 30, Figura E.9 (a).

### *Arquitetura aleatória*

Nestas cadeias as ramificações podem ser longas e curtas, mas do mesmo mero que a cadeia principal, Figura E.9 (b).

### *Arquitetura pente*

Da cadeia principal partem varias cadeias de mesmo tamanho e homogeneamente distribuído em toda a cadeia polimérica, Figura E.9 (c).

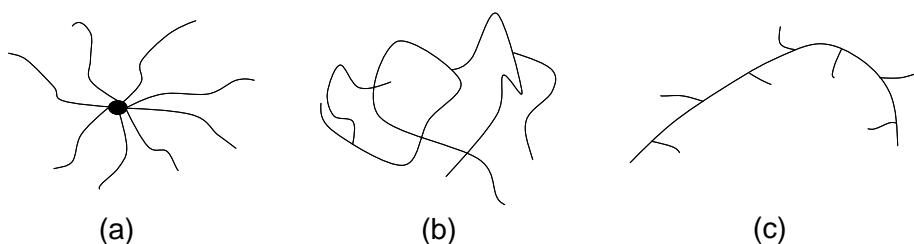


Figura E.9 - Representação esquemática das cadeias ramificadas. Arquitetura estrelada (a); Arquitetura aleatória (b); e arquitetura pente (c).  
Fonte: Canevarolo (2002, p. 43).

### Cadeias com ligações cruzadas

Neste tipo de ligação, ocorre a união das cadeias poliméricas por forças primárias covalentes fortes, representados pelos pontos na Figura E.10.

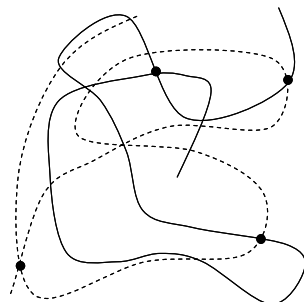


Figura E.10 - Representação esquemática de ligações cruzadas.  
Fonte: Canevarolo (2002, p. 44).

## 5 Comportamento mecânico

Os polímeros podem ser divididos em três grandes classes, que dependem do tipo da estrutura química do monômero, do número de mers por cadeia e do tipo de ligações covalentes: Plásticos, Elastômeros e Fibras.

### Plásticos

Material polimérico que se apresenta no estado sólido quando na sua temperatura de utilização ou próxima dela. São subdivididos em: termoplásticos, termorrígido e baroplástico.

#### *Termoplásticos*

São polímeros que ao serem submetidos a uma variação de temperatura e pressão, perdem a rigidez e fluem, podendo ser moldados nestas condições. Cessada a temperatura e pressão, se solidifica passando a ter o formato do molde. O processo físico é reversível e se reinicia com novas temperaturas e

pressões, que faz deste tipo de polímero um material reciclável. Quando o polímero é semicristalino, o amolecimento se dá com a fusão da fase cristalina. O polietileno é um exemplo desta classe de material.

#### *Termorrígido (Termofixo)*

É parecido com o termoplástico com respeito à aplicação de temperatura e pressão, da perda de rigidez e fluidez e também adotando o formato do molde. No processo de solidificação, porém, reage quimicamente de forma irreversível, formando ligações cruzadas entre as cadeias que o torna rígido (funcionalidade  $\geq 3$ ). Temperaturas e pressões adicionais não alteram mais a sua estrutura, tornando-os materiais infusíveis, insolúveis e não-recicláveis. O epóxi (araldite) é um exemplo desta classe de materiais.

#### *Baroplástico*

Polímero que ao ser submetido a uma determinada variação de temperatura e pressão, flui segundo o arranjo que lhe está em volta. A temperatura de solicitação, no entanto, deve ser inferior a de fusão ( $T_f$ ) e superior a temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ), que é a temperatura em que a cadeia polimérica da fase amorfa adquire mobilidade e, portanto, pode ser moldada.

#### *Elastômeros*

Polímeros que ao serem submetidos a determinadas pressões, na temperatura ambiente, sofrem deformações de pelo menos 200%. Ao ser retirado o esforço volta à sua aparência inicial em curto intervalo de tempo.

## *Fibras*

Tipo de termoplástico em que as cadeias poliméricas são orientadas paralelamente ao eixo longitudinal, o que aumenta consideravelmente a sua resistência mecânica. Os fios de *nylon* tem esse tipo de estrutura.

## **6 Cristalinidade**

A cristalinidade em polímeros consiste no alinhamento dos segmentos da cadeia em um arranjo tridimensional formando uma massa sólida e opaca. Caso o arranjo seja desordenado a fase é dita amorfa, geralmente transparentes.

A maior diferença entre a cristalização das cadeias poliméricas e os sólidos cristalinos é a sua longa cadeia que não permite um perfeito empacotamento entre eles.

Os polímeros cristalizáveis mais comuns são os que possuem cadeias lineares. Caso haja ramificações ou grupo lateral, se torna imprescindível que sejam pequenos ou dispostos regularmente e simetricamente em toda a cadeia polimérica. Outro aspecto que pode facilitar a cristalinidade dos polímeros é a presença de grupos que possuam ligações secundárias, como as moléculas polares, ou que permitam a formação de pontes de hidrogênio.

O grau de cristalinidade e a morfologia influenciam diretamente nas propriedades físicas, mecânicas e termodinâmicas das regiões cristalinas. A cristalinidade aumenta os valores das propriedades como: densidade, rigidez, estabilidade dimensional, resistência química, resistência à abrasão, temperatura de utilização, de fusão, transição vítrea, etc., mas reduzem as propriedades de resistência ao impacto, alongação na ruptura, claridade ótica, entre outras.

Das teorias utilizadas para explicar a morfologia presente nos polímeros, pode-se citar a da miscela franjada, que é um modelo simples onde os polímeros semicristalinos são constituídos de cristalitos dispersos numa matriz amorfa. Os cristalitos são constituídos de segmentos moleculares de diferentes cadeias, alinhados paralelamente numa ordem tridimensional, representados esquematicamente na Figura E.11. Segundo este modelo o polímero nunca poderá ser totalmente cristalino, pois os segmentos de cadeias que se encontram na região amorfa, ficam tencionados não podendo se cristalizar em processos futuros (CANEVAROLO, 2002, p. 91-92).

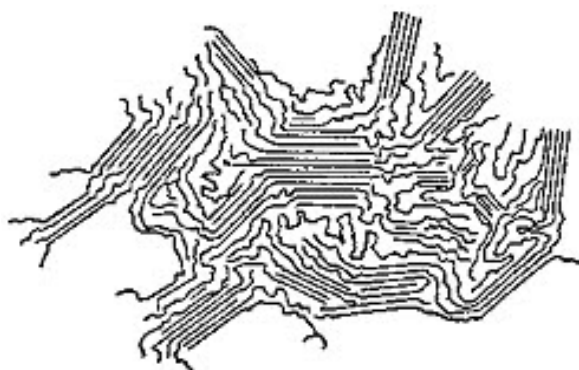


Figura E.11 - Modelo de cristalização segundo a teoria da miscela franjada.  
Fonte: Canevarolo (2002, p. 92).

Outra teoria importante, que veio a explicar principalmente a evidência do dobramento das cadeias poliméricas, é das cadeias dobradas.

Por meio da microscopia eletrônica pode-se observar placas finas, as quais foram chamadas de *lamelas*, Figura E.12. Estudos de difração eletrônica constataram que as cadeias poliméricas são orientadas segundo a direção normal da superfície da *lamela*. Como o comprimento da cadeia polimérica é muito superior ao da espessura da *lamela*, concluiu-se que ela estaria dobrada sobre si mesma dentro do cristal. Detalhe da dobradura é apresentado em destaque (*zoom*), da Figura E.12, para uma cadeia de polietileno.

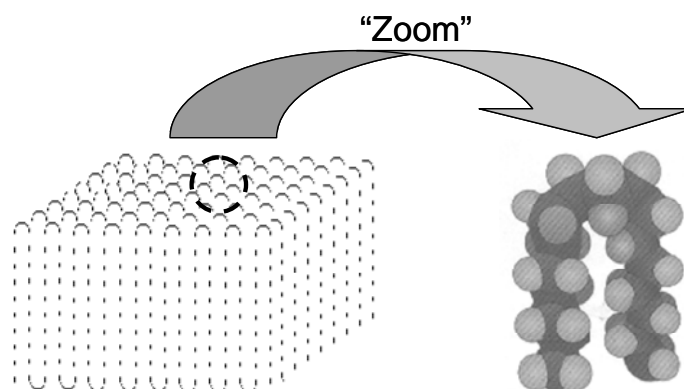


Figura E.12 - Modelo de cristalização segundo a teoria das cadeias dobradas.  
 Fonte: Adaptado de Canevarolo (2002, p. 93).

Atualmente, assume-se que os polímeros altamente cristalinos possuem somente uma fase cristalina com regiões de defeitos no seu interior e é mais bem representado pelo modelo de lamelas. Os polímeros com baixa cristalinidade como um sistema constituída de uma fase cristalina e uma fase amorfa é mais bem representada pelo modelo de miscela franjada.

## 7 Comportamento térmico dos polímeros

As características físicas de um determinado material é função direta da mobilidade das suas moléculas, que por sua vez dependem da temperatura que promove a agitação de seus átomos. Portanto, é imprescindível o conhecimento das temperaturas que caracterizam os materiais, para uma correta caracterização das suas propriedades físico-químicas.

### *Temperatura de transição vítrea ( $T_g$ )*

É a temperatura média em que a cadeia polimérica da fase amorfa adquire mobilidade e, portanto, pode ser moldada. Em temperaturas abaixo de  $T_g$  o polímero não possui energia suficiente para permitir movimentos relativos entre as cadeias por processo mecânico de conformação, pois se apresenta no estado rígido e quebradiço.

### Temperatura de fusão ( $T_f$ )

É a temperatura média em que as regiões cristalinas desaparecem devido a fusão dos cristalitos. O sistema atinge energia suficiente para vencer os efeitos das forças intermoleculares secundárias entre as cadeias da fase cristalina, destruindo a estrutura regular de empacotamento, mudando do estado borrachoso para o estado viscoso (fundido). Os principais efeitos são nas propriedades termodinâmicas como volume específico, entalpia, etc.

A determinação experimental dessas duas temperaturas de transição se faz por intermédio da variação do volume específico com a temperatura. Dividem-se os polímeros em amorfos e semicristalinos para simplificar o processo. Com o aumento da temperatura, ocorre o aumento volumétrico a uma determinada taxa, até se atingir a temperatura ( $T_g$ ), em que este aumento passa ser mais acentuado, conforme inclinações das curvas da Figura E.13.

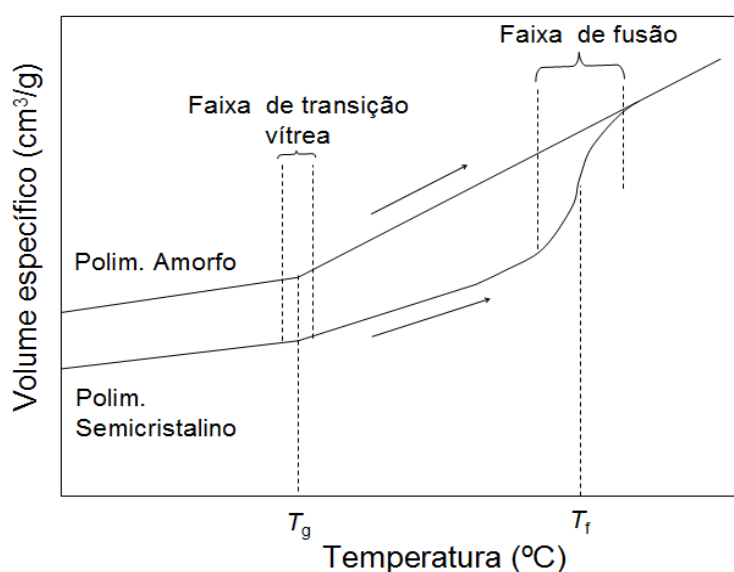


Figura E.13 - Esquema da determinação da temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ) e da Temperatura de fusão ( $T_f$ ).

Fonte: Canevarolo (2002, p. 151).

Continuando o aumento da temperatura, em determinado momento será atingido um nível de energia que passará a fundir os cristais de tamanhos



variados provocando um rápido aumento do volume específico, que define uma faixa para a temperatura de fusão. Um método para determinar a porcentagem da cristalinidade de um polímero é avaliar o quanto a curva cristalina se afasta do comportamento amorfo, pois maiores afastamentos implicam em maiores frações volumétricas de cristal.

### *Temperatura de cristalização ( $T_c$ )*

É a temperatura na qual um material polimérico estando no estado fundido, portanto, acima da temperatura de fusão ( $T_f$ ), ao ser resfriado a uma determinada taxa apresente uma organização espacial regular com a formação de cristalito ou *lamelas* em vários pontos da massa polimérica. Há duas formas para a sua determinação: por resfriamento rápido (pouco comum) conhecido como isotérmico e o dinâmico, onde a temperatura é reduzida continuamente e a cristalização ocorrendo numa faixa de temperatura, conforme Figura E.14. O Valor de  $T_c$  é um valor intermediário da referida faixa e corresponde ao seu ponto de inflexão.

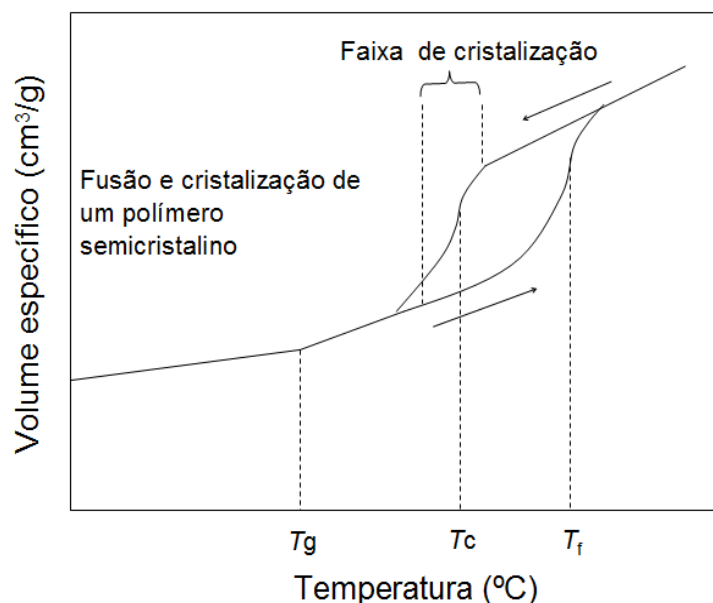


Figura E.14 - Esquema da determinação da temperatura de cristalização ( $T_c$ ).  
Fonte: Canevarolo (2002, p. 152).

## ADITIVOS

### *Corante preto*

A utilização de corantes pelo homem data de mais 4000 anos, o que pode ser verificado em desenhos realizados em cavernas, por exemplo.

Atualmente, são mais de 8 mil compostos diferentes comercializados, podendo ser tanto orgânicos quanto inorgânicos e dão cores as tintas, papéis, roupas, etc (UFSC, 2007).

Segundo Saron et al. (2006), há dois tipos de aditivos utilizados para conferir cor aos materiais: os pigmentos e corantes. Essa classe é conhecida como colorante e não devem ser confundidas. Os pigmentos possuem, no geral, tamanho de partícula maiores e são insolúveis no polímero, enquanto que corantes são moléculas solúveis no polímero.

Verifica-se que um colorante pode agir tanto como corante como pigmento, dependendo da matriz polimérica que estiver inserida, pois a solubilidade depende diretamente da interação existente entre as moléculas do colorante e do polímero.

Os corantes apresentam como características principais a baixa abrasividade e alta capacidade de absorção luminosa. Quando inserida em matriz solúvel, os corantes migram para a superfície do material provocando mudanças na coloração do produto.

Aspecto importante a se observar é o fato da possibilidade de fotodegradação dos polímeros devido a interação do corante com a energia luminosa. Quanto mais intensa é a coloração maior é a interação.

Como qualquer tipo de aditivo, o uso de corante em polímeros deve ser realizado com cautela, pois o seu emprego intenso pode alterar as propriedades da matriz, a exemplo da fotodegradação. Portanto, a realização de ensaios para verificação do comportamento das características físicas dos materiais serem importantes dada a dificuldade de se prever os efeitos causados pelo corante.

### *Negro de fumo*

O negro de fumo é um termo genérico dado a uma ampla variedade de materiais produzidos a partir do carbono, com geometria de pequenas partículas esféricas, finamente divididas, resultante da decomposição térmica controlada de várias substâncias orgânicas (sólida, líquida ou gasosa) (JUNIOR, 2006).

Segundo Hess (1993), a morfologia do negro de fumo pode ser do tipo *partícula*, que apresenta uma quantidade de átomos de carbono com certa organização estrutural no formato esférico; do tipo *agregado*, em que as ligações químicas e atrações físicas das partículas são importantes e o tamanho e a forma dos agregados é quem definem a sua estrutura; e o *aglomerado*, que corresponde a uma mistura de agregado unidos por forças fracas e facilmente separáveis.

O negro de fumo jamais pode ser confundido com fuligem por apresentar grau de pureza na ordem de 90% de carbono ou mais (TAYLOR, 1997).

Inicialmente, o negro de fumo era obtido somente pelo processo conhecido por *lampblack*, decorrente da combustão incompleta de óleo vegetal e utilizado somente em tintas. Com o advento da revolução industrial, outros processos de fabricação foram implementados e sua utilização passou a ser também no sentido de aumentar a resistência dos materiais.

Os processos de fabricação atualmente utilizados são: *lampblack* (negro de fumo de lamparina); *channel black* (negro de fumo de canal); *thermal black* (negro de fumo térmico); *acetylene black* (negro de fumo de acetileno) e *furnace black* (negro de fumo de fornalha). Este último é o processo de fabricação de negro de fumo atualmente mais desenvolvido para uso comercial e se caracteriza pela combustão de óleos aromáticos, em fornos especiais sob altas temperaturas. Corresponde a aproximadamente 95% dos negros de fumo produzido no mundo, por ser mais barato e estar presente na maioria das aplicações.

Há vários tipos de negros de fumo disponibilizados comercialmente, que vai depender da relação entre o seu tamanho e da estrutura entre suas partículas, que lhe proporcionam características muito bem definidas. Verifica-se, por exemplo, um maior poder de reforço quanto menor a partícula, ou seja, maior a sua superfície específica (em  $m^2/g$ ).

As maiores aplicações do negro de fumo são na indústria automobilística, para reforço do látex e borracha, além da produção de plásticos refratários à radiação UV, em baterias secas devido as suas propriedades elétricas e eletroquímicas e, por fim, na produção de tintas (JUNIOR, 2006).

Para cada tipo de aplicação tem-se um determinado tipo de fabricação, que define as suas características e propriedades, as quais se podem destacar:

a) Tamanho da partícula: o agregado é um parâmetro utilizado pela indústria para definir a menor parte do negro de fumo. Dependendo do processo de fabricação, as partículas podem variar desde 19 *nm* para os processos *furnace* até 320 *nm* para os termais. Quanto menor o tamanho da partícula, mais difícil é o seu processamento e maior é o efeito reforçante nos materiais.

Excetuando o método de medição por microscopia eletrônica, a forma mais comum para determinação do tamanho das partículas é pelo método de medição da reflectância, ou seja, da comparação da reflexão de uma pasta branca contendo o negro de fumo a ser medido e uma amostra com negro de fumo padrão. Quanto menor a reflectância da amostra menor é o raio do agregado (RUBBERPEDIA, 2006).

b) Superfície específica: é a área que se encontra exposta por grama de negro de fumo ( $m^2/g$ ). É tanto maior quanto menor for a partícula de negro de fumo e promove cores mais intensas e maiores viscosidades.

c) Estrutura: Herd et al. (1993), definiram a estrutura do negro de fumo pelo tamanho e forma dos agregados e as classificaram, por meio de um processo chamado *Skeletonization*, como esferoidal, elipsoidal, linear e ramificado. Foram analisadas as diferenças entre as classes e verificou-se que a estrutura linear apresentou maiores cadeias ao serem inseridas em borrachas.

d) Atividade superficial: é um parâmetro que identifica o potencial reforçante do material que contém o negro de fumo. Os materiais ao serem submetidos a determinadas variações, como a temperatura, por exemplo, lhe confere uma perda deste potencial reforçante. Portanto, perda de potencial reforçante corresponde a perda de atividade superficial.

#### *Nanofibra de carbono*

Em 1959, o físico Richard Feynman proferiu uma palestra no Instituto de Tecnologia da Califórnia, na qual defendeu a idéia que os átomos poderiam ser organizados, desde que às leis da natureza não sofressem violações. Em consequência, surgiria a grande possibilidade da criação de materiais com propriedades inteiramente novas. Essa palestra foi considerada o marco inicial da nanotecnologia (MEDEIROS, et al., 2006).

Atualmente, é de conhecimento que os nanomateriais possuem grande superfície específica e permitem a formação de materiais quimicamente mais reativos, além de afetar suas propriedades de resistência mecânica e de condutividade. Outro aspecto, a considerar, é com respeito aos efeitos quânticos que se sobressaem nesta ordem de grandeza interferindo no comportamento óptico, elétrico e magnético dos materiais (OLIVEROS, 2008).

É vastíssima a variedade de materiais obtidos em tamanhos nanométricos para as mais diversas aplicações, por exemplo, em microprocessadores, na medicina, em processos catalíticos, etc. Com grande destaque no desenvolvimento de nano estruturas, os derivados do elemento químico carbono tem se tornado um potencial proponente para aplicações ainda nem mesmo imaginadas.

Verifica-se que o carbono, por ser um dos elementos mais abundantes na natureza e possuir uma estrutura química diferenciada, possui formas alotrópicas com intensas aplicações no cotidiano. O diamante, grafite e o carbono amorfo, mostrados na Figura E.15 (a) (b) e (c), são exemplos de diferentes ligações químicas do carbono que permitem a formação de estruturas de diferentes geometrias (ROA, 2008).

Em 1985, Harold Kroto, da Universidade de Sussex (Inglaterra), Robert Curl e Richard Smalley, ambos da Universidade de Rice (EUA), ao incidirem um feixe de raio laser sobre uma amostra de grafite, obtiveram várias estruturas contendo de 44 a 90 átomos de carbono chamados de fulerenos (anéis fechados de átomos de carbono) (FISCHER, 2010). O fulereno que possui 60 carbonos é o mais conhecido e identificado por  $C_{60}$ : *buckminsterfullerene*. A Figura E.15 (d) mostra a sua distribuição espacial organizados em 20 hexágonos e 12 pentágonos (KROTOS, et al, 1985).

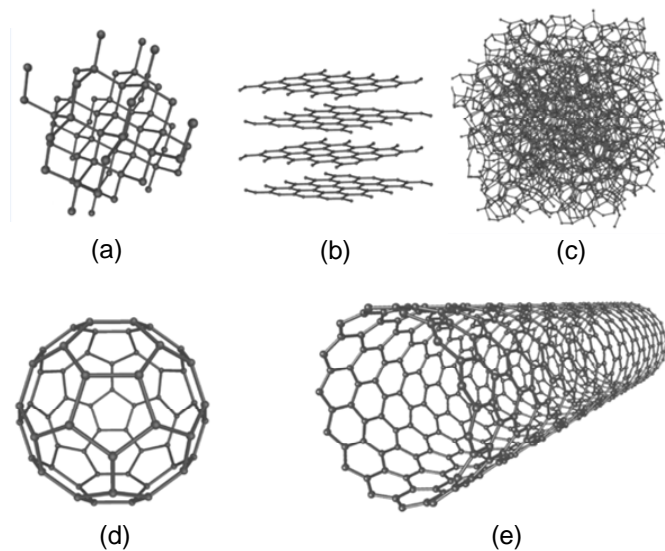


Figura E.15 - Diamante (a); Grafite (b); Carbono amorfo (c);  $C_{60}$  (Buckminsterfullerene) (d); e Nanotubo de carbono de parede única (e).  
Fonte: Adaptado de Wikipedia (2010).

Já em 1991, o cientista japonês Sumio Iijima, revelou o quinto alótropo do carbono, os nanotubos de carbono (*NFC*) de parede múltiplas, utilizando um método de evaporação por arco voltaico, semelhante ao utilizado na época para a obtenção de fulerenos. Em 1993, Sumio Iijima e Donald Bethune identificaram, independentemente, nanotubos de carbono de parede única, Figura E.15 (e).

Uma propriedade que coloca o nanotubo de carbono em situação de destaque é a sua grande propensão a resistência mecânica, dependendo da qualidade da sua estrutura cristalina.

Melechko et al. (2007), descreveram as formas dos nanotubos de carbono (NTC) e das nanofibras de carbono (NFC) a partir do grafeno, que é um material encontrado na grafite e em outros compostos de carbono.

O nanotubo de carbono pode ser considerado como uma folha de grafeno enrolada como um cilindro, onde o ângulo,  $\alpha$ , entre o eixo de simetria e a

superfície do cilindro é zero, Figura E.16 (a). No caso da nanofibra de carbono, o valor de  $\alpha$  é diferente de zero em camadas múltiplas, Figura E.16 (b).

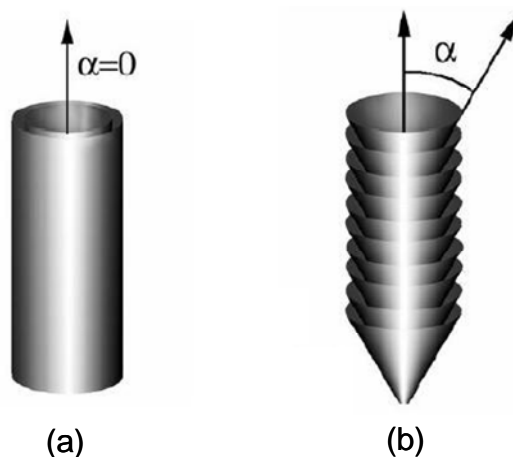


Figura E.16 - Esquema representativo de um nanotubo de carbono (a) e uma nanofibra de carbono (b).  
Fonte: Melechko et al. (2007).

As suas sínteses ocorrem por meio de três métodos: Ablação por laser, descarga por arco e deposição química na fase de vapor.

Coelho et al. (2008), tem sintetizado a nanofibra de carbono utilizando um método essencialmente catalítico, Figura E.17, baseado na deposição química de vapor.

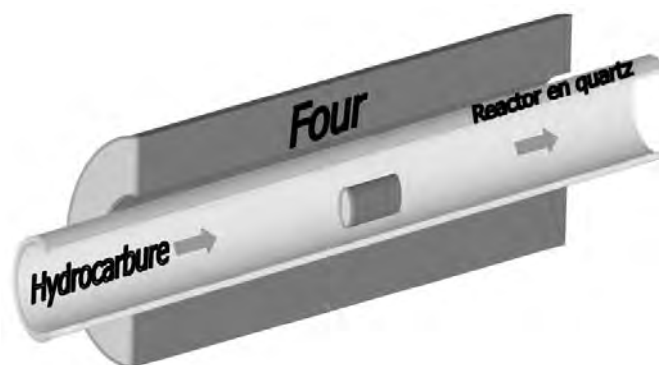


Figura E.17 - Processo de síntese catalítico.  
Fonte: Vieira (2011).



Os métodos de arco elétrico e ablação a laser, por apresentarem baixo rendimento na síntese dos nanotubos/nanofibras e a alta quantidade de impurezas co-produzidas, mostram-se pouco interessantes para utilização em escala.

As nanofibras utilizadas neste trabalho são sintetizadas pelo INPE/LCP, a partir do feltro de carbono ( $1 \text{ m}^2/\text{g}$ ), que é um composto de microfibras de carbono entrelaçadas medindo aproximadamente  $15 \text{ }\mu\text{m}$  de diâmetro e alguns centímetros de comprimento.

O processo catalítico utiliza gases do tipo hidrocarbonetos ou  $\text{CO}_2$ , catalisadores de *Fe*, *Co* e *Ni* e temperaturas entre 400 a 900 °C. No final da etapa verifica-se a síntese das nanofibras de carbono na superfície do feltro com um rendimento de 100% em massa (COELHO, et al., 2008).

A Figura E.18, mostra a superfície do feltro completamente recoberta por uma camada de nanofibras de carbono após a síntese das mesmas, aumentando sua superfície específica de  $1 \text{ m}^2/\text{g}$  para  $85 \text{ m}^2/\text{g}$ .

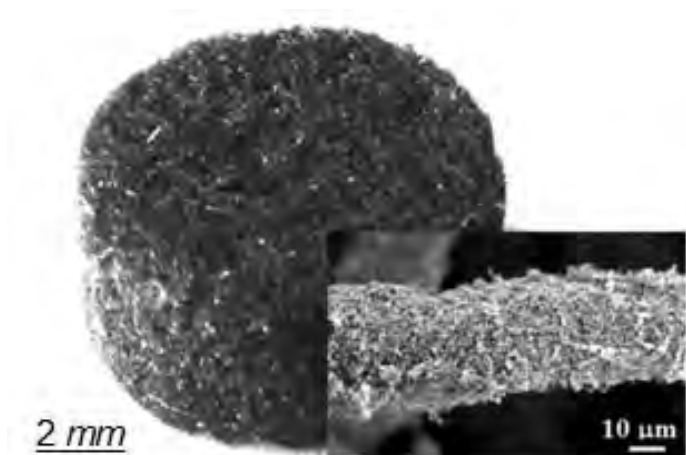


Figura E.18 - Detalhe da nanofibra de carbono sobre a superfície de uma amostra de feltro.  
Fonte: Coelho (2008).

As nanofibras preparadas segundo esta metodologia apresentaram diâmetros extremamente homogêneos (em torno de 30 *nm*), o que permite uma interação intermolecular mais intensa provocadas pela forças de Van der Waals. Possuem uma estrutura do tipo *fishbone* e apresentam propriedades que favorecem uma maior resistência dos materiais, grande superfície externa, alta condutividade térmica e uma estrutura altamente reativa.

## APÊNDICE F - DESCRIÇÃO DOS ENSAIOS REALIZADOS

### F.1 Ensaios realizados

Tabela F.1 - Lista de ensaios realizados.

Nº	INFORMAÇÕES DO ENSAIO
1	1º ENSAIO COM POLIETILENO, 1250 W, SEM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE AÇO, 03/03/09,09:34
2	2º ENSAIO COM POLIETILENO, 1250 W, SEM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE AÇO, 05/03/09,10:00
3	3º ENSAIO COM POLIETILENO, 1250 W, SEM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE AÇO'31/03/09,10:00
4	4º ENSAIO COM POLIETILENO, 1250 W, SEM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE ALUMÍNIO, 01/04/09,10:30
5	5º ENSAIO COM POLIETILENO, 1250 W, SEM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE ALUMÍNIO, 02/04/09, 10:45
6	6º ENSAIO COM POLIETILENO, 1250 W, SEM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE ALUMÍNIO, 3/4/09,10:00
7	7º ENSAIO COM POLIETILENO, 1250 W, SEM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE ALUMÍNIO, 11/05/09, 16:25
8	8º ENSAIO COM POLIETILENO, 1500 W, SEM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE ALUMÍNIO, 12/5/09, 11:23
9	9º ENSAIO COM POLIETILENO, 1750 W, SEM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE ALUMÍNIO, 13/05/09, 11:11
10	10º ENSAIO COM POLIETILENO, 2000 W, SEM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE ALUMÍNIO, 01/06/09, 14:11
11	11º ENSAIO COM POLIETILENO, 2000 W, SEM IGNITOR, CADINHO DE ALUMÍNIO, 02/06/09, 15:21
12	12º ENSAIO COM POLIETILENO, 2000 W, SEM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE ALUMÍNIO, 03/06/09, 11:44.
13	13º ENSAIO COM POLIETILENO, 2000 W, SEM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE AÇO, 04/06/09, 14:40
14	14º ENSAIO COM POLIETILENO, 2000 W, SEM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE AÇO, 16/06/09, 14:48
15	15º ENSAIO COM POLIETILENO, 2000 W, SEM IGNITOR, CADINHO DE AÇO, 17/6/2009, 09:11

(continua)

Tabela F.1 - Continuação.

---

16	16º ENSAIO COM POLIETILENO, 2000 W, SEM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE AÇO, 17/06/09, 15:35
17	17º ENSAIO COM POLIETILENO, 2000 W, SEM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE ALUMÍNIO, 18/06/09, 11:17
18	18º ENSAIO COM POLIETILENO, 2000 W, SEM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE ALUMÍNIO, 18/06/09, 15:10
19	1º ENSAIO COM PARAFINA PURA, 2000 W, SEM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR ALUMÍNIO, 19/06/09, 09:34
20	19º ENSAIO COM POLIETILENO, 2000 W, SEM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE AÇO, 19/06/09, 11:31
21	2º ENSAIO COM PARAFINA PURA, 2000 W, SEM IGNITOR, CADINHO CIRCULAR DE ALUMÍNIO, 29/07/09, 10:04
22	3º ENSAIO COM PARAFINA PURA, 2000 W, COM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE ALUMÍNIO, 30/07/09,16:02
23	4º ENSAIO COM PARAFINA PURA, 2000 W, SEM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE AÇO, 11/08/09, 10:55
24	5º ENSAIO COM PARAFINA PURA, 2000 W, COM IGNITOR, CADINHO CIRCULAR DE ALUMÍNIO, 11/08/09, 14:08
25	6º ENSAIO COM PARAFINA PURA, 2000 W, SEM IGNITOR, CADINHO CIRCULAR DE AÇO, 11/08/09, 17:41
26	7º ENSAIO COM PARAFINA PURA, 2000 W, COM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE AÇO, 13/08/09, 16:24
27	8º ENSAIO COM PARAFINA PURA, 2000 W, SEM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE AÇO, 07/10/09, 10:07
28	9º ENSAIO COM PARAFINA PURA, 2000 W, SEM IGNITOR, CADINHO CIRCULAR DE AÇO, 07/10/09, 11:36
29	10º ENSAIO COM PARAFINA PURA, 2000 W, SEM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE ALUMÍNIO, 07/10/09,12:54
30	11º ENSAIO COM PARAFINA PURA, 2000 W, SEM IGNITOR, CADINHO CIRCULAR DE ALUMÍNIO 07/10/09, 13:40
31	12º ENSAIO COM PARAFINA PURA, 2000 W, COM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE ALUMÍNIO, 08/10/09,15:01
32	13º ENSAIO COM PARAFINA PURA, 2000 W, COM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE AÇO, 08/10/09, 15:51
33	14º ENSAIO COM PARAFINA PURA, 2000 W, COM IGNITOR, CADINHO CIRCULAR DE AÇO, 08/10/09, 16:35
34	15º ENSAIO COM PARAFINA PURA, 2000 W, COM IGNITOR, CADINHO CIRCULAR DE ALUMÍNIO 09/10/09, 08:45

---

(continua)

Tabela F.1 - Continuação.

---

35	16º ENSAIO COM PARAFINA PURA, 2000 W, SEM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE AÇO, 19/10/09, 14:41
36	17º ENSAIO COM PARAFINA PURA, 2000 W, SEM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE AÇO, 22/10/09, 11:21
37	18º ENSAIO COM PARAFINA PURA, 2000 W, SEM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE AÇO, 22/10/09, 14:30
38	19º ENSAIO COM PARAFINA PURA, 2000 W, SEM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE AÇO, 23/10/09, 10:35
39	20º ENSAIO COM PARAFINA PURA, 2000 W, SEM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE AÇO, 06/11/09, 10:48
40	20º ENSAIO COM POLIETILENO, 2000 W, SEM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE AÇO, 16/11/09, 11:02
41	21º ENSAIO COM POLIETILENO, 1500 W, SEM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE AÇO, 16/11/09, 14:05
42	22º ENSAIO COM POLIETILENO, 1750 W, SEM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE AÇO, 17/11/09, 10:05
43	23º ENSAIO COM POLIETILENO, 1500 W, COM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE AÇO, 17/11/09, 11:09
44	24º ENSAIO COM POLIETILENO, 1750 W, COM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE AÇO, 17/11/09, 14:25
45	25º ENSAIO COM POLIETILENO, 2000 W, COM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE AÇO, 17/11/09, 15:51
46	1º ENSAIO COM LINER 1500 W, SEM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE AÇO, 18/11/09, 14:41
47	26º ENSAIO COM POLIETILENO, 2000 W, SEM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE AÇO, 19/11/09, 14:21
48	2º ENSAIO COM LINER 2000 W, SEM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE AÇO. 19/11/09, 15:56
49	27º ENSAIO COM POLIETILENO, 1500 W, SEM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE AÇO, 30/11/09, 11:26
50	28º ENSAIO COM POLIETILENO, 1750 W, SEM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE AÇO, 30/11/09, 13:17
51	29º ENSAIO COM POLIETILENO, 2000 W, SEM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE AÇO, 30/11/09, 14:42
52	30º ENSAIO COM POLIETILENO, 1500 W, COM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE AÇO, 30/11/09, 16:37
53	31º ENSAIO COM POLIETILENO, 1750 W, COM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE AÇO, 30/11/09, 18:09

---

(continua)

Tabela F.1 - Continuação.

---

54	32º ENSAIO COM POLIETILENO, 2000 W, COM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE AÇO, 30/11/09, 19:22
55	21º ENSAIO COM PARAFINA PURA 1500 W, SEM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE AÇO, 02/12/09, 11:25
56	22º ENSAIO COM PARAFINA PURA 2000 W, SEM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE AÇO, 02/12/09, 13:22
57	23º ENSAIO COM PARAFINA PURA 2500 W, SEM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE AÇO. 02/12/09, 14:20
58	24º ENSAIO COM PARAFINA PURA 1500 W, COM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE AÇO, 02/12/09, 15:14
59	25º ENSAIO COM PARAFINA PURA 2000 W, COM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE AÇO. 03/12/09, 11:06
60	26º ENSAIO COM PARAFINA PURA 2500 W, COM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE AÇO, 03/12/09, 13:30
61	1º ENSAIO COM PTDT_PROCESSO_49, 2000 W, SEM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE AÇO, 20/04/10, 16:25
62	2º ENSAIO COM PTDT_PROCESSO_49, 2000 W, SEM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE AÇO, 22/04/10, 12:10
63	3º ENSAIO COM PTDT_PROCESSO_49, 2000 W, SEM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE AÇO, 03/05/10, 15:33
64	33º ENSAIO COM POLIETILENO, 2000 W, SEM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE AÇO, 04/05/10, 10:01
65	34º ENSAIO COM POLIETILENO, 2000 W, SEM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE AÇO, 04/05/10, 13:09
66	1º ENSAIO COM HTTPB_PROCESSO_43, 2000 W, SEM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE AÇO 04/05/10, 14:12
67	1º ENSAIO COM SiNF_PROCESSO_50 2000 W, SEM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE AÇO 04/05/10, 15:11
68	27º ENSAIO COM PARAFINA_PURA, 2000 W, SEM IGNITOR, CADINHO RETANGULAR DE AÇO, 04/05/10, 16:12
69	35º ENSAIO COM POLIETILENO, 2100 W, SEM IGNITOR, 23/08/10, 15:36,
70	36º ENSAIO COM POLIETILENO, 2100 W, SEM IGNITOR, 24/08/10, 15:35
71	37º ENSAIO COM POLIETILENO, 1050 W, SEM IGNITOR, 26/08/10, 11:18

---

(continua)

Tabela F.1 - Continuação.

---

72	38º ENSAIO COM POLIETILENO, 2100 W, SEM IGNITOR, 27/08/10, 10:12
73	39º ENSAIO COM POLIETILENO, 2100 W, SEM IGNITOR, 27/08/10, 11:47
74	40º ENSAIO COM POLIETILENO, 2100 W, SEM IGNITOR, 27/08/10, 13:15
75	41º ENSAIO COM POLIETILENO, 2100 W, SEM IGNITOR, 27/08/10, 14:28
76	42º ENSAIO COM POLIETILENO, 2100 W, SEM IGNITOR, 27/08/10, 15:42
77	43º ENSAIO COM POLIETILENO, 2100 W, SEM IGNITOR, 27/08/10, 16:50
78	44º ENSAIO COM POLIETILENO, 2100 W, SEM IGNITOR, 08/09/10, 15:50
79	45º ENSAIO COM POLIETILENO, 2100 W, SEM IGNITOR, 08/09/10, 17:15
80	46º ENSAIO COM POLIETILENO, 2100 W, SEM IGNITOR, 09/09/10, 10:12
81	47º ENSAIO COM POLIETILENO, 2100 W, SEM IGNITOR, 09/09/10, 11:52
82	48º ENSAIO COM POLIETILENO, 2100 W, SEM IGNITOR, 09/09/10, 13:32
83	49º ENSAIO COM POLIETILENO, 2100 W, SEM IGNITOR, 09/09/10, 14:49
84	50º ENSAIO COM POLIETILENO, 2100 W, SEM IGNITOR, 09/09/10, 16:30
85	51º ENSAIO COM POLIETILENO, 2100 W, SEM IGNITOR, 10/09/10, 10:01
86	52º ENSAIO COM POLIETILENO, 2100 W, SEM IGNITOR, 10/09/10, 11:27
87	53º ENSAIO COM POLIETILENO, 2100 W, SEM IGNITOR, 10/09/10, 13:21
88	54º ENSAIO COM POLIETILENO, 2100 W, SEM IGNITOR, 10/09/10, 14:41
89	55º ENSAIO COM POLIETILENO, 2100 W, SEM IGNITOR, 10/09/10, 15:44
90	28º ENSAIO COM PARAFINA PURA, 2100 W, SEM IGNITOR, 21/09/10, 11:14

---

(continua)

Tabela F.1 - Continuação.

91	29º ENSAIO COM PARAFINA PURA, 2100 W, COM IGNITOR, 21/09/10, 14:16
92	30º ENSAIO COM PARAFINA PURA, 2100 W, SEM IGNITOR, 22/10/10, 15:30
93	31º ENSAIO COM PARAFINA PURA, 2100 W, COM IGNITOR, 22/10/10, 16:06
94	32º ENSAIO COM PARAFINA PURA, 2100 W, SEM IGNITOR, 04/11/10, 13:40
95	56º ENSAIO COM POLIETILENO, 2100 W, SEM IGNITOR, 04/11/10, 14:52
96	57º ENSAIO COM POLIETILENO, 2100 W, COM IGNITOR, 04/11/10, 16:17
97	58º ENSAIO COM POLIETILENO, 1500 W, SEM IGNITOR, 16/11/10,13:28
98	59º ENSAIO COM POLIETILENO, 1500 W, COM IGNITOR, 16/11/10,14:44
99	60º ENSAIO COM POLIETILENO, 2100 W, SEM IGNITOR, 16/11/10, 15:50
100	61º ENSAIO COM POLIETILENO, 2100 W, SEM IGNITOR, 16/11/10,16:45
101	33º ENSAIO COM PARAFINA PURA, 2100 W, COM IGNITOR, 17/11/10, 13:16
102	62º ENSAIO COM POLIETILENO, 2100 W, SEM IGNITOR, 17/11/10,14:22
103	63º ENSAIO COM POLIETILENO, 2100 W, SEM IGNITOR, 17/11/10,15:35
104	64º ENSAIO COM POLIETILENO, 2100 W, SEM IGNITOR, 17/11/10,16:40
105	2º ENSAIO COM HTPB, 2100 W, SEM IGNITOR, 18/11/10, 14:25
106	3º ENSAIO COM HTPB, 2100 W, SEM IGNITOR, 18/11/10, 15:35
107	4º ENSAIO COM HTPB, 2100 W, COM IGNITOR, 18/11/10, 16:40
108	3º ENSAIO COM LHNA, 2100 W, SEM IGNITOR, 19/11/10, 13:30
109	4º ENSAIO COM LHNA, 2100 W, COM IGNITOR, 19/11/10, 14:39

(continua)



Tabela F.1 - Continuação.

110	4º ENSAIO COM PTFDT, 2100 W, SEM IGNITOR, 19/11/10, 15:47
111	5º ENSAIO COM PTFDT, 2100 W, COM IGNITOR, 19/11/10, 16:51
112	2º ENSAIO COM PTFM 2100 W, SEM IGNITOR, 29/11/10, 13:33
113	3º ENSAIO COM PTFM 2100 W, COM IGNITOR, 29/11/10, 14:45
114	4º ENSAIO COM PTFM 1500 W, SEM IGNITOR, 29/11/10, 16:02
115	5º ENSAIO COM PTFM 1500 W, COM IGNITOR, 29/11/10, 17:03
116	65º ENSAIO COM POLIETILENO, 1500 W, COM IGNITOR, 30/11/10, 11:00
117	34º ENSAIO COM PARAFINA PURA, 2100 W, COM IGNITOR, 30/11/10, 13:47
118	65º ENSAIO COM POLIETILENO, 1500 W, COM IGNITOR, 30/11/10, 15:00
119	66º ENSAIO COM POLIETILENO, 2100 W, SEM IGNITOR, 30/11/10, 15:50
120	67º ENSAIO COM POLIETILENO, 2100 W, SEM IGNITOR, 30/11/10, 16:45
121	68º ENSAIO COM POLIETILENO, 2100 W, SEM IGNITOR, 01/12/10, 15:51
122	69º ENSAIO COM POLIETILENO, 2100 W, SEM IGNITOR, 01/12/10, 16:54
123	70º ENSAIO COM POLIETILENO, 2100 W, COM IGNITOR, 01/12/10, 17:51
124	35º ENSAIO COM PARAFINA PURA, 2100 W, SEM IGNITOR, 02/12/10, 10:35
125	5º ENSAIO COM HTPB, 2100 W, COM IGNITOR, 02/12/10, 11:30
126	6º ENSAIO COM HTPB, 1500 W, SEM IGNITOR, 02/12/10, 13:22
127	7º ENSAIO COM HTPB, 1500 W, COM IGNITOR, 02/12/10, 14:35
128	5º ENSAIO COM LHNA, 2100 W, COM IGNITOR, 02/12/10, 16:06

(continua)

Tabela F.1 - Continuação.

---

129	6º ENSAIO COM LHNA, 1500 W, SEM IGNITOR, 02/12/10, 17:09
130	36º ENSAIO COM PARAFINA PURA, 1500 W, SEM IGNITOR, 03/12/10, 10:20
131	7º ENSAIO COM LHNA, 1500 W, COM IGNITOR, 03/12/10, 11:33
132	6º ENSAIO COM PTFDT, 2100 W, COM IGNITOR, 03/12/10, 13:30
133	7º ENSAIO COM PTFDT 2100 W SEM IGNITOR, 14/12/10, 13:14
134	8º ENSAIO COM PTFDT 1500 W SEM IGNITOR, 14/12/10, 14:20
135	9º ENSAIO COM PTFDT 1500 W COM IGNITOR, 14/12/10, 15:45
136	37º ENSAIO COM PARAFINA PURA, 1500 W, COM IGNITOR, 15/12/10, 09:30
137	8º ENSAIO COM HTPB, 1500 W, COM IGNITOR, 15/12/10, 10:36
138	8º ENSAIO COM LHNA, 1500 W, SEM IGNITOR, 15/12/10, 11:47
139	6º ENSAIO COM PTFM 1500 W, COM IGNITOR, 15/12/10, 17:47
140	10º ENSAIO COM PTFDT 1500 W SEM IGNITOR, 16/12/10, 14:10
141	11º ENSAIO COM PTFDT 1500 W COM IGNITOR, 16/12/10, 15:20
142	9º ENSAIO COM LHNA, 1500 W, COM IGNITOR, 17/12/10, 14:02
143	9º ENSAIO COM HTPB, 1500 W, SEM IGNITOR, 17/12/10, 15:01
144	71º ENSAIO COM POLIETILENO, 2100 W, COM IGNITOR, 25/01/11, 15:24
145	1º ENSAIO COM PARAFINA_CP, 2100 W, SEM IGNITOR, 5/01/11, 13:57
146	2º ENSAIO COM PARAFINA_CP, 2100 W, SEM IGNITOR, 26/01/11, 13:40
147	3º ENSAIO COM PARAFINA_CP, 2100 W, COM IGNITOR, 27/01/11, 11:09

---

(continua)

Tabela F.1 - Continuação.

---

148	4º ENSAIO COM PARAFINA_CP, 1500 W, SEM IGNITOR, 28/01/11, 13:35
149	5º ENSAIO COM PARAFINA E CP, 1500 W, COM IGNITOR, 08/02/11, 11:18
150	1º ENSAIO COM PARAFINA E NF, 2100 W, SEM IGNITOR, 08/02/11, 14:14
151	6º ENSAIO COM PARAFINA E CP, 2100 W, COM IGNITOR, 08/02/11, 15:35
152	2º ENSAIO COM PARAFINA E NF, 2100 W, COM IGNITOR, 08/02/11, 16:22
153	3º ENSAIO COM PARAFINA E NF, 1500 W, SEM IGNITOR, 09/02/11, 09:40
154	1º ENSAIO COM PARAFINA E NANO, 2100 W, SEM IGNITOR, 09/02/11, 10:52
155	4º ENSAIO COM PARAFINA E NF, 1500 W, COM IGNITOR, 09/02/11, 11:50
156	2º ENSAIO COM PARAFINA E NANO, 2100 W, COM IGNITOR, 09/02/11, 13:55
157	3º ENSAIO COM PARAFINA E NANO, 2100 W, SEM IGNITOR, 09/02/11, 15:10
158	4º ENSAIO COM PARAFINA E NANO, 2100 W, COM IGNITOR, 09/02/11, 16:12
159	38º ENSAIO COM PARAFINA PURA, 1500 W, SEM IGNITOR, 08/03/11, 11:35
160	39º ENSAIO COM PARAFINA PURA, 1500 W, SEM IGNITOR, 08/03/11, 12:28
161	40º ENSAIO COM PARAFINA PURA, 1500 W, SEM IGNITOR, 08/03/11, 13:24
162	41º ENSAIO COM PARAFINA PURA, 1500 W, SEM IGNITOR, 08/03/11, 14:20
163	42º ENSAIO COM PARAFINA PURA, 1500 W, AMOSTRA COM 15 mm, SEM IGNITOR, 08/03/11, 15:18
164	43º ENSAIO COM PARAFINA PURA, 1500 W, AMOSTRA COM 20 mm, SEM IGNITOR, 08/03/11, 17:25
165	44º ENSAIO COM PARAFINA PURA, 2100 W, AMOSTRA COM 20 mm , SEM IGNITOR, 13/07/11, 09:05

---

(continua)

Tabela F.1 - Conclusão.

---

166	45° ENSAIO COM PARAFINA PURA, 2100 W, AMOSTRA COM 15 mm SEM IGNITOR, 13/07/11, 11:30
167	46° ENSAIO COM PARAFINA PURA, RETANGULAR DE ALUMÍNIO, 2100 W, SEM IGNITOR, 22/08/11, 09:10
168	47° ENSAIO COM PARAFINA PURA, CIRCULAR DE ALUMÍNIO, 2100 W, SEM IGNITOR, 22/08/11, 10:10
169	48° ENSAIO COM PARAFINA PURA, CIRCULAR DE AÇO, AMIANTO, 2100 W, SEM IGNITOR, 22/08/11, 11:30
170	49° ENSAIO COM PARAFINA PURA, CIRCULAR DE AÇO, 2100 W, SEM IGNITOR, 23/08/11, 17:00
171	50° ENSAIO COM PARAFINA PURA, RETANGULAR DE ALUMÍNIO, 2100 W, SEM IGNITOR, 23/08/11, 18:10
172	51° ENSAIO COM PARAFINA PURA, CIRCULAR DE ALUMÍNIO, 2100 W, SEM IGNITOR, 23/08/11, 19:30

---

## F.2 Descrição geral dos ensaios

O polietileno de alta densidade foi o material utilizado nos ensaios iniciais por ser um propelente com custo relativamente baixo e apresentar cadeias extremamente lineares, o que favorece uma maior massa específica, melhores orientações espaciais, melhor empacotamento das cadeias e uma maior cristalinidade.

O cadinho inicialmente manteve as mesmas características proposta pela ASTM E 1354-03 (2003): a) retangular de aço com 25 *mm* de altura; b) com camada interna de material cerâmico de 7 *mm*; c) papel alumínio em volta da amostra; e d) com alça.

O 1º ensaio foi realizado com uma amostra de polietileno com espessura de 25 *mm* de forma que 7 *mm* da amostra (que corresponde à espessura da placa cerâmica) ficou acima da extremidade superior do cadinho. Verificou-se que após a fusão do material ocorreu o seu derramamento que se depositou, em parte, sobre a placa refratária inferior.

Nos três ensaios seguintes, diminuiu-se a espessura da amostra para 18 *mm*, ficando a sua parte superior faceando a borda do cadinho. Porém, houve derramamento de material em todos eles.

A partir do 5º ensaio, as amostras de polietileno passaram a ter 10 *mm* de espessura, que somado a placa de material cerâmico permitiu uma distância de 8 *mm* da parte superior da amostra à borda do cadinho. Mais uma vez, houve derramamento das amostras sobre a placa refletora.

Os ensaios 6º ao 15º foram realizados com amostras de polietileno com variação da altura do cadinho, da espessura da amostra e da distância entre a parte superior da amostra e a base do calorímetro cônico (troco de cone). Após estes ensaios, ficou definida a altura do cadinho em 25 *mm*, a espessura da

amostra em 10 *mm* e a distância entre parte superior da amostra e a base do calorímetro em 25 *mm*, não ocorrendo mais derramamento de material.

Especificamente no 10º ensaio, houve uma demora na retirada da placa refratária superior que, provavelmente, permitiu a passagem de energia para a amostra. Em consequência a ignição ocorreu imediatamente à sua retirada. A placa, provavelmente, não estaria realizando a sua função, que era de evitar a passagem de calor do calorímetro para a amostra durante o seu pré-aquecimento. Colocou-se uma fita refratária na placa e padronizou-se sua retirada com 300 °C. Verificou-se também neste ensaio o entupimento da tela localizada à saída da coifa.

No 11º ensaio, devido à falha intermitente do analisador de gases, não houve aquisição de CO. Verificou-se também que a pressão e, consequentemente, a vazão ainda era reduzida no decorrer dos ensaios. Isso ocorreu devido a obstrução, por fuligem, na tela da coifa. Definiu-se, então, que em todos os ensaios haveria a limpeza dos três filtros: tela da coifa, frascos lavadores de gases do banho térmico e filtro do kitassato, localizado antes do banho térmico.

No 12º ensaio ocorreu o tombamento da chaminé, fabricada com um determinado material polimérico. Houve perda de sua rigidez, devido à alta temperatura do duto de exaustão, entorno de 350 °C. Após inúmeras tentativas de mantê-la na posição vertical, a solução encontrada foi a sua substituição por uma estrutura metálica.

Para que houvesse uma melhor distribuição da energia, por condução e convecção, no 17º ensaio foi realizado o primeiro teste com o cadinho de alumínio sem a alça, contrariando o previsto na ASTM E 1354-03 (2003).

Durante estes ensaios, havia ainda o problema de entupimento da tela de retenção localizada na coifa e também do lavador de gases, com seu eventual congelamento e consequente redução da vazão.

Com a finalidade de se verificar as variações dos tempos de ignição e de queima e variação de  $-(dm/dt)/A$ , provocadas pela geometria e tipo de material do cadinho, foram realizados ensaios nas seguintes configurações: retangular e circular de aço 304 e retangular e circular de alumínio 6061.

Os ensaios, que se estenderam até o 34º, foram realizados com parafina e sem ignição externa. O carregamento do cadinho foi feito com parafina fundida até uma altura de 10 *mm*, marcada com um pincel, a partir da base. Foi verificado, que na preparação da amostra sempre ocorria uma variação da massa inicial da amostra, causada pelo erro de visualização da altura de 10 *mm*. O cadinho definido inicialmente como padrão para realização dos ensaios foi o retangular de aço, altura interna de 25 *mm* e sem alça.

Devido à variação da massa da amostra, após o carregamento do cadinho, fez-se um estudo da influência da espessura da amostra com respeito as suas características de flamabilidade. Foram analisados amostras de parafina, com 1500 *W* e 2100 *W*, no cadinho retangular de aço e nas espessuras de 10 *mm*, 15 *mm* e 20 *mm*.

No decorrer dos ensaios houve constatações importantes de serem registradas. Por exemplo, no 16º ensaio foi observado uma variação da posição do termopar localizado no centro da base do calorímetro, pois não se encontrava fixo. Provavelmente, entre um e outro ensaio, tenha havido uma variação das medições da temperatura nesta região.

No 22º ensaio foi realizado o primeiro ensaio com o ignitor externo.

No 27º ensaio foi realizado o primeiro ensaio com a balança calibrada, nova chaminé e nova tela da coifa, pois a anteriormente utilizada sofreu corrosão com sérios danos na malha.

Com o objetivo de melhorar o isolamento térmico do cadinho, no 39º ensaio foi colocado no entorno do cadinho uma camada de amianto com cola de alta temperatura. Foi observado que o material propiciou a formação de bolha, ficando totalmente desregular, o que facilitou o desprendimento da placa de amianto em determinados pontos.

No 46º ensaio com *LHNA 02*, material do IAE, após o início da pirólise e/ou mudança de fase, houve a formação de fumaça escura em que se podia observar as linhas de escoamento (fator positivo). No entanto, após a ignição houve o entupimento da tela, com consequente diminuição da vazão e formação de muita fumaça. O ensaio foi cancelado e constatou-se 100% de obstrução da tela.

No 55º ensaio, cogitou-se sobre a necessidade de se repetir os ensaios anteriores por não ter havido provavelmente repetitividade dos resultados, pois ao se medir a resistência a frio foi verificado um valor de 12,7  $\Omega$ . Certamente, os ensaios anteriores tiveram sua potência modificada com respeito aos cálculos teóricos, devido à variação da resistência que inicialmente era de 9,5  $\Omega$ .

A partir do 61º ensaio, vedou-se toda a lateral entre a coifa e a estrutura do calorímetro. Em consequência houve uma melhoria na eficiência do consumo de  $O_2$  disponível no entorno da amostra. A chama tomou proporções maiores e entrou no duto de exaustão.



No 62º ensaio, a variação da vazão de 40 até 20% não evitou que a chama entrasse no duto. Além disso, para uma vazão de 20% havia muita formação de fumaça e fuligem.

No 64º ensaio, a placa restritiva da coifa foi retirada por ser a provável causadora do aumento do comprimento da chama, já que provoca um aumento da velocidade do gás nesta região. Novamente, a chama entrou no duto e continuou nesta condição até o 68º ensaio.

No 69º ensaio, foi utilizado pela primeira vez o calorímetro com o novo sistema de medição de potência, construído a partir da usinagem concêntrica de dois cilindros maciços de aço 304. A placa de 57 *mm* foi colocada para permitir uma melhor mistura, conforme previsto na ASTM E 1354-03 (2003), e a distância entre calorímetro (tronco de cone) e a coifa foi aumentado, ou seja, provocou-se um deslocamento para baixo a fim de que a chama tivesse mais espaço para percorrer.

Foi levantada a curva de porcentagem versus potência real para a faixa de temperatura da resistência de 0 a 650 °C. O valor previsto para 2100 *W* segundo a referida curva foi de 36%, que corresponde a um fluxo externo incidente de 50 *kW/m²*. Observou-se no decorrer dos ensaios que uma indicação de 36% no controlador de potência provocava uma potência de 2030 *W*, que corresponde a um fluxo externo incidente de 48,4 *kW/m²*. Provavelmente, a resistência estaria se degradando necessitando de valores maiores para se manter a mesma potência.

No 77º ensaio, foi colocada uma placa de material cerâmico no fundo e externamente ao cadinho, assim como uma camada de papel alumínio na lateral. Esta modificação se manteve a partir de então e todos os resultados apresentados na tese tiveram, com respeito ao cadinho, a mesma

configuração: retangular de aço, sem alça, com material cerâmico na parte externa da base e material refratário (papel alumínio) na lateral.

No 90º ensaio a sistemática de carregamento da parafina mudou drasticamente. Inicialmente o carregamento era feito com parafina fundida até uma marca na parede interna do cadinho correspondente a 10 *mm*. No entanto, o referido procedimento causava uma diferença de até 25,67 *g*. O cadinho passou a ser carregado com uma massa de 90,0 *g*, que corresponde a uma placa de 100 *mm* x 100 *mm* de área e 10 *mm* de espessura para uma massa específica de 0,9 *g/cm*<sup>3</sup>.

Até o ensaio de número 172, não houve mais mudanças estruturais no calorímetro e nem nos procedimentos adotados. A única observação a ser feita é com respeito ao ensaio de número 121, em que o anel coletor de gases rompeu-se devido corrosão na sua junta. A equipe de manutenção realizou a sua soldagem e as atividades se reiniciaram normalmente.

## APÊNDICE G - RESULTADOS EXPERIMENTAIS DA PARAFINA COM ADITIVOS E DAS PROTEÇÕES TÉRMICAS

### G.1 Resultados experimentais das características de inflamabilidade da *Parafina* com corante preto (CP), com potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W, com e sem ignição externa

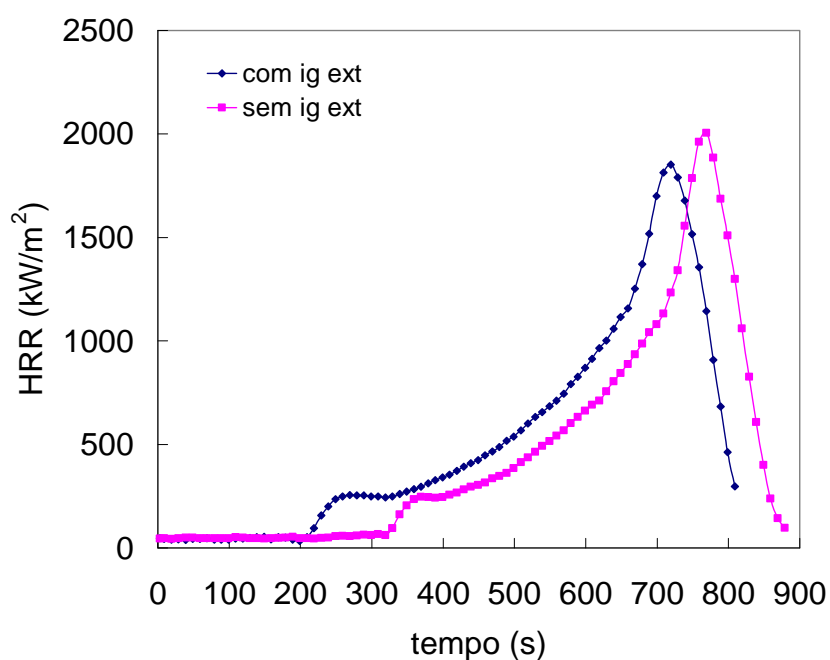


Figura G.1 - Taxa de liberação de calor,  $HRR$ , durante a combustão da *Parafina* com corante preto, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

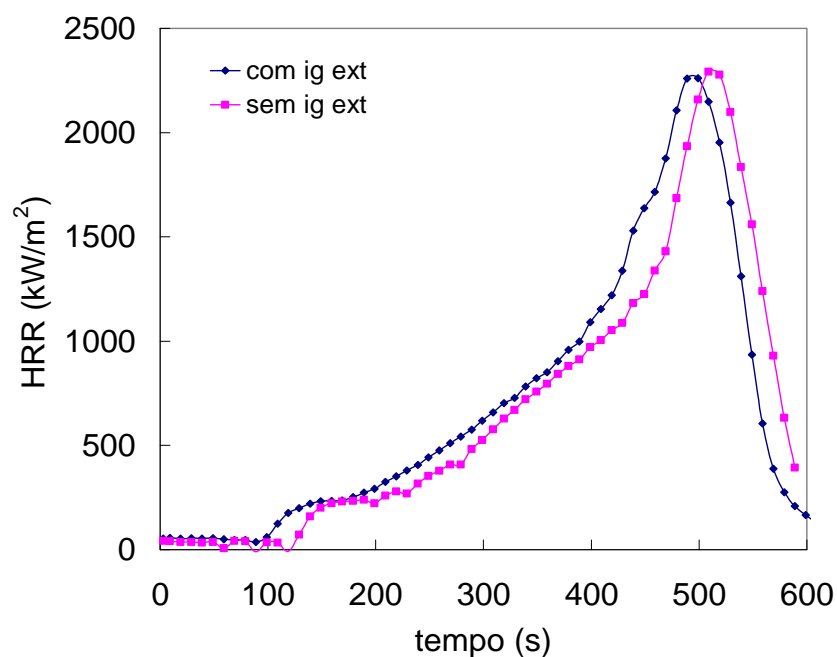


Figura G.2 - Taxa de liberação de calor,  $HRR$ , durante a combustão da *Parafina* com corante preto, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

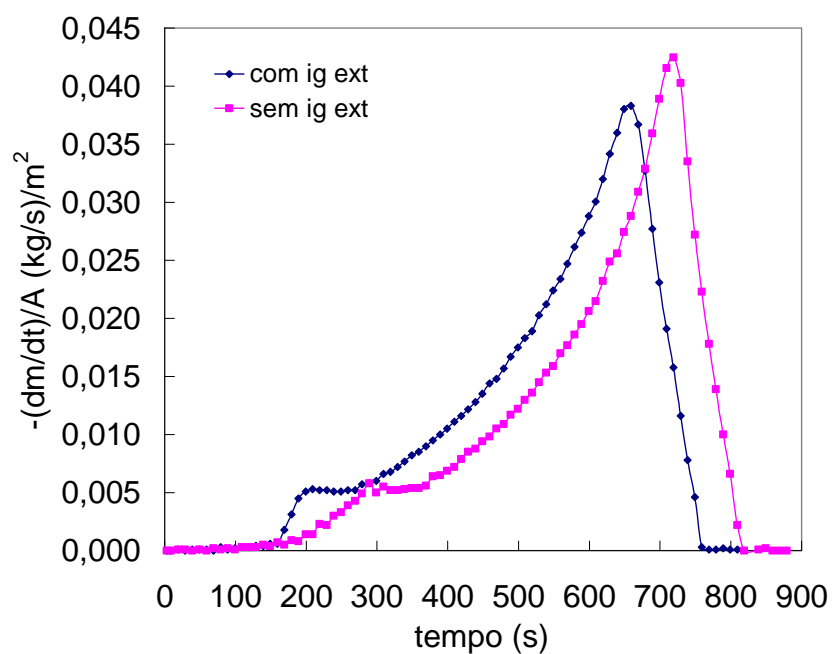


Figura G.3 - Taxa de consumo de massa durante a combustão da *Parafina* com corante preto, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

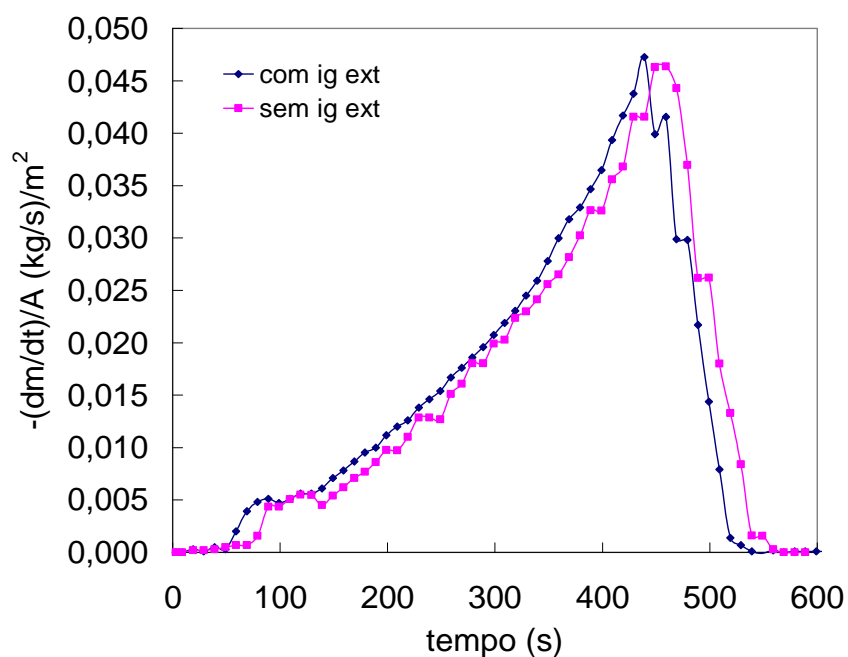


Figura G.4 - Taxa de consumo de massa durante a combustão da *Parafina* com corante preto, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

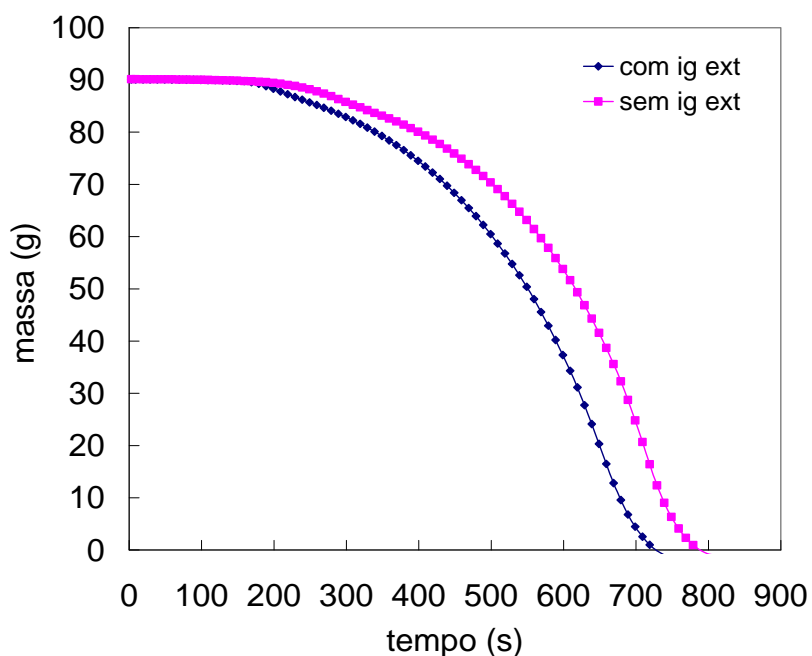


Figura G.5 - Evolução de massa durante a combustão da *Parafina* com corante preto, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

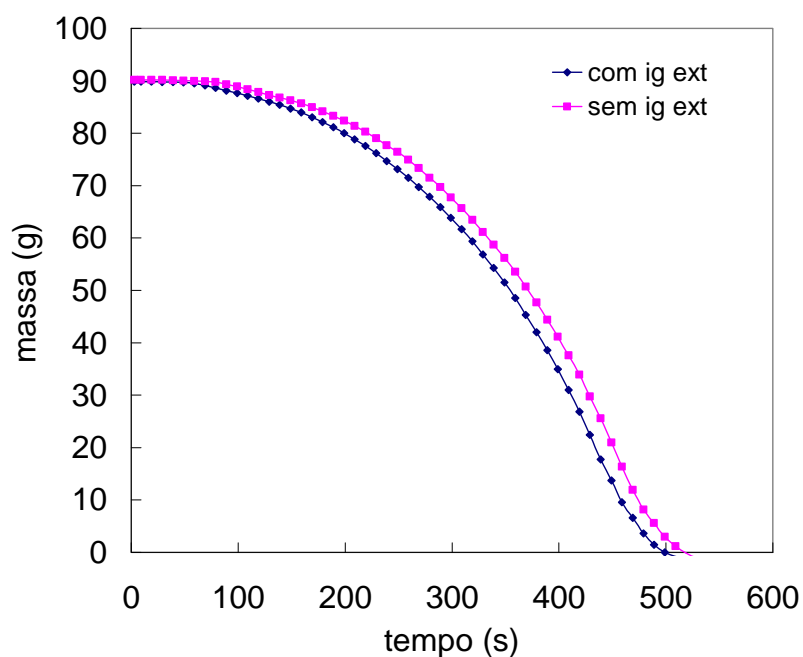


Figura G.6 - Evolução de massa durante a combustão da *Parafina* com corante preto, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

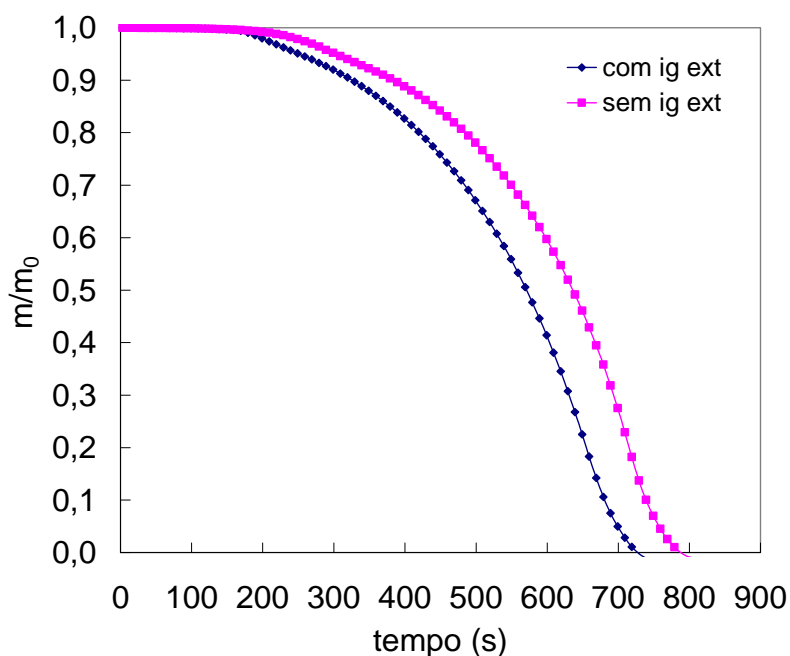


Figura G.7 - Evolução de massa normalizada durante a combustão da *Parafina* com corante preto, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

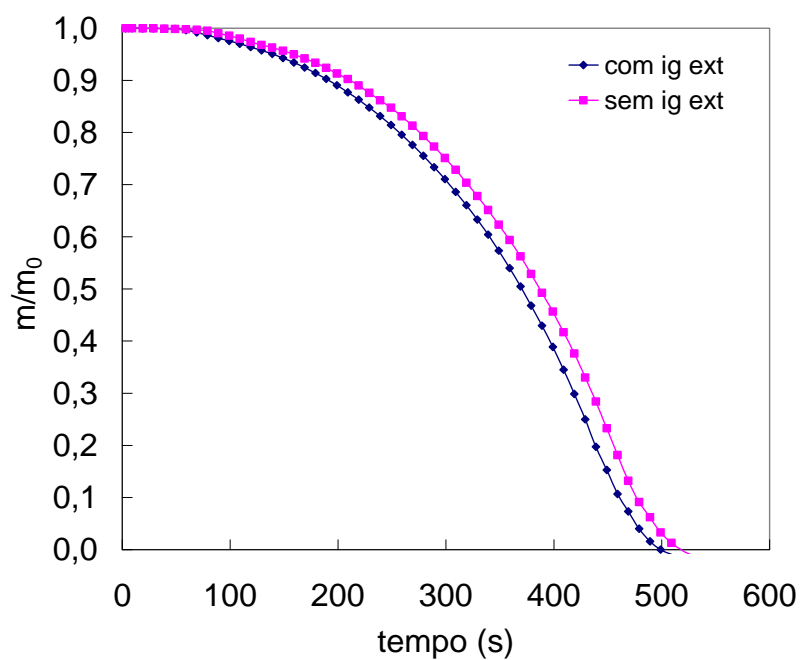


Figura G.8 - Evolução de massa normalizada durante a combustão da *Parafina* com corante preto, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

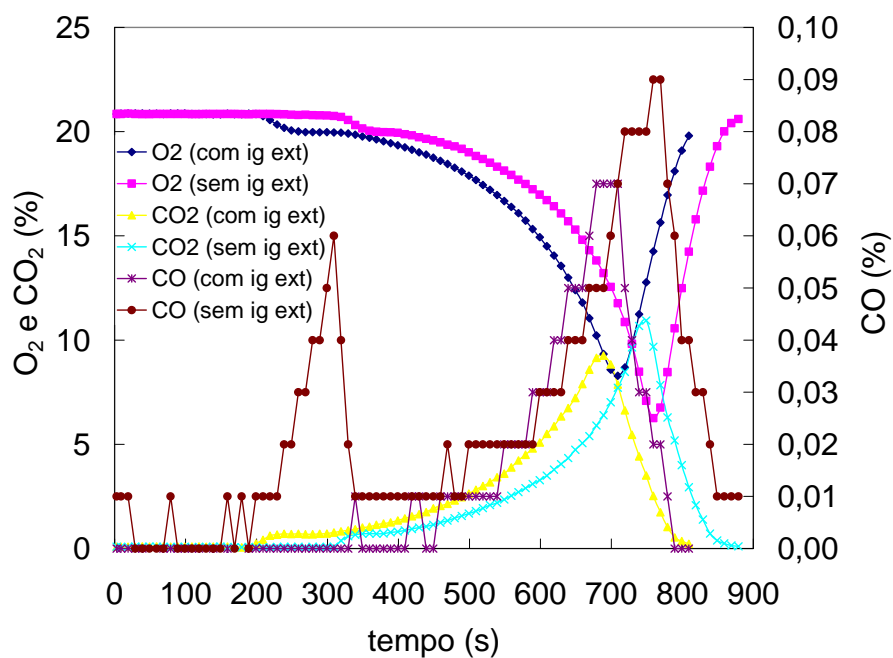


Figura G.9 - Frações molares de  $O_2$ ,  $CO_2$  e  $CO$  durante a combustão da *Parafina* com corante preto, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

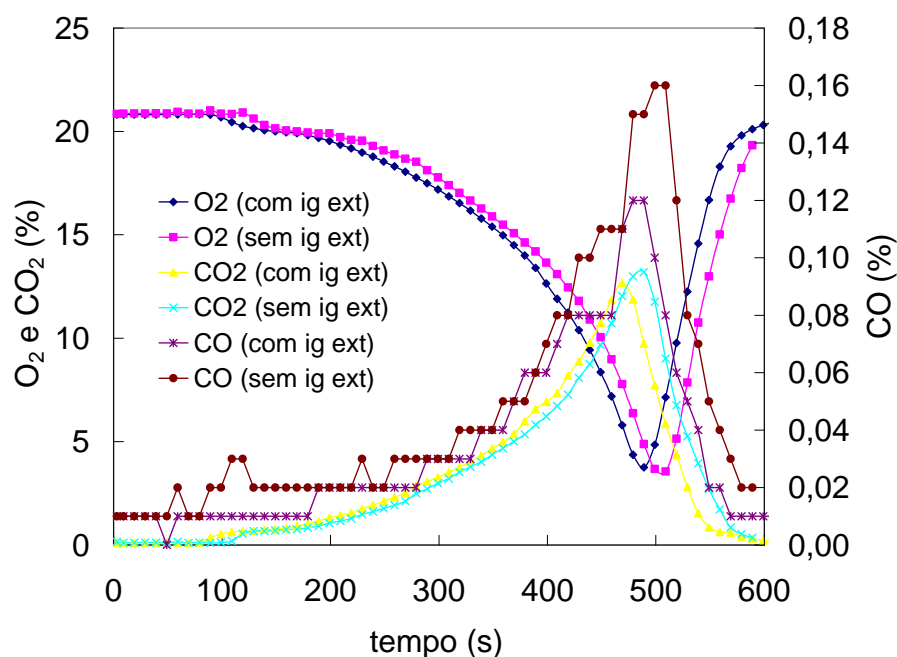


Figura G.10 - Frações molares de  $O_2$ ,  $CO_2$  e  $CO$  durante a combustão da *Parafina* com corante preto, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

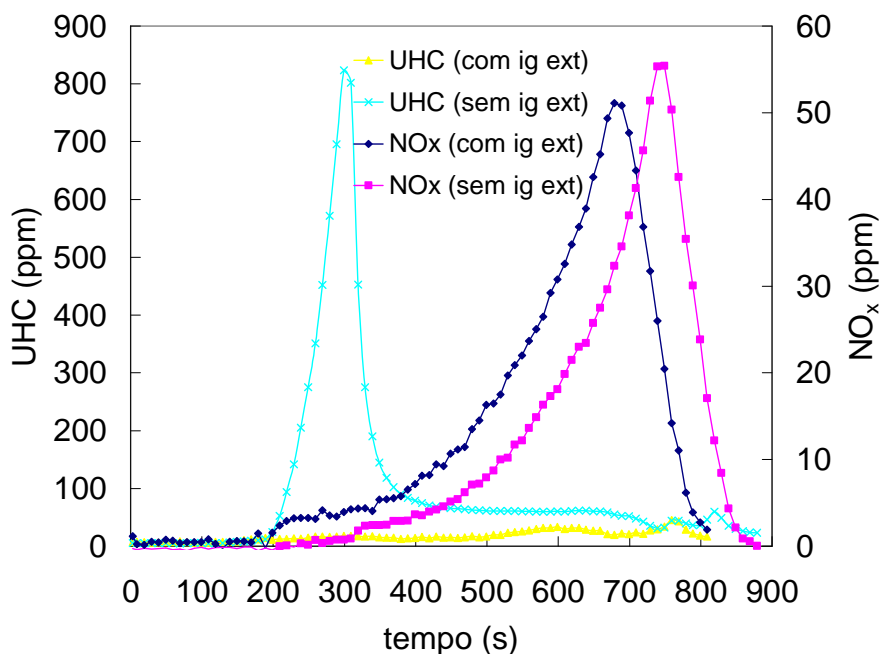


Figura G.11 - Frações molares de  $UHC$  e  $NO_x$  durante a combustão da *Parafina* com corante preto, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.



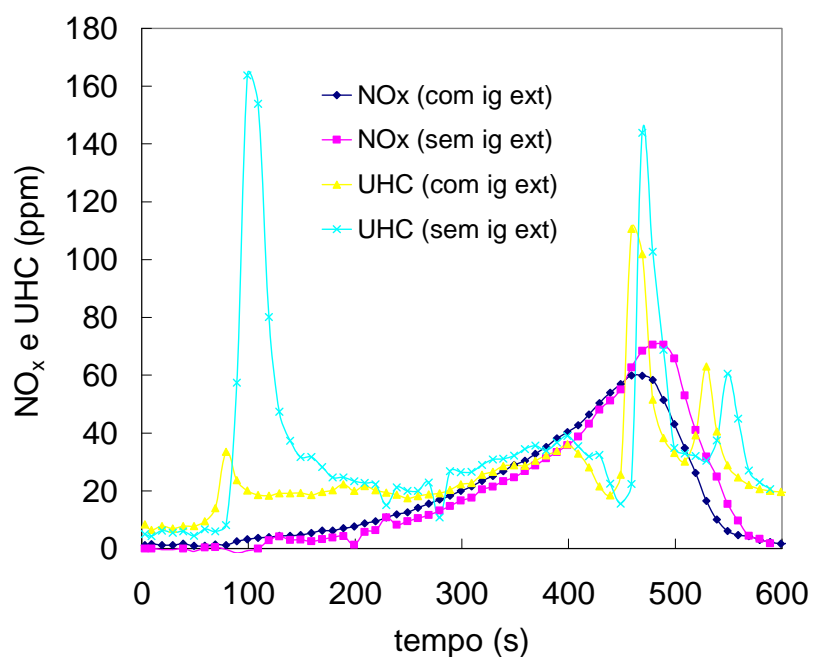


Figura G.12 - Frações molares de  $\text{UHC}$  e  $\text{NO}_x$  durante a combustão da *Parafina* com corante preto, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

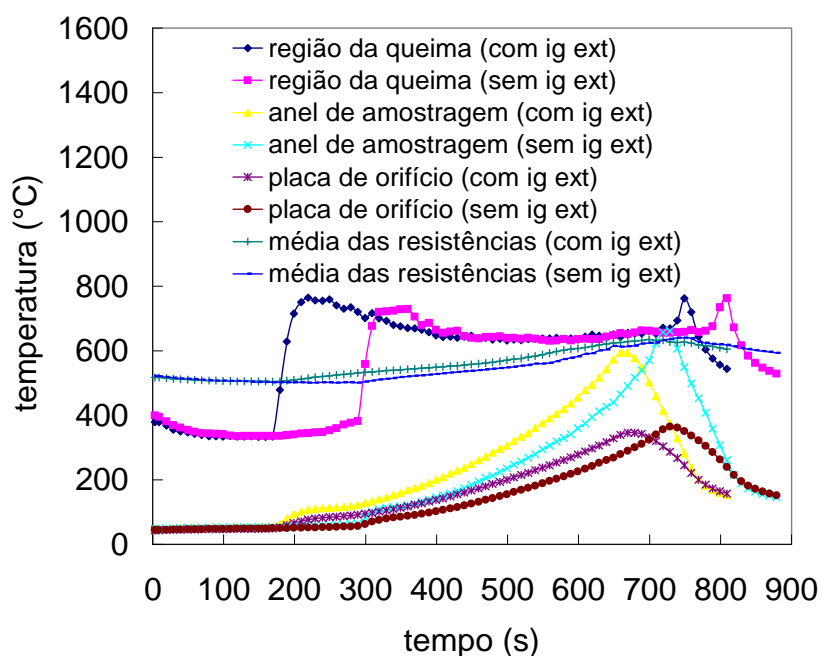


Figura G.13 - Temperaturas durante a combustão da *Parafina* com corante preto, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

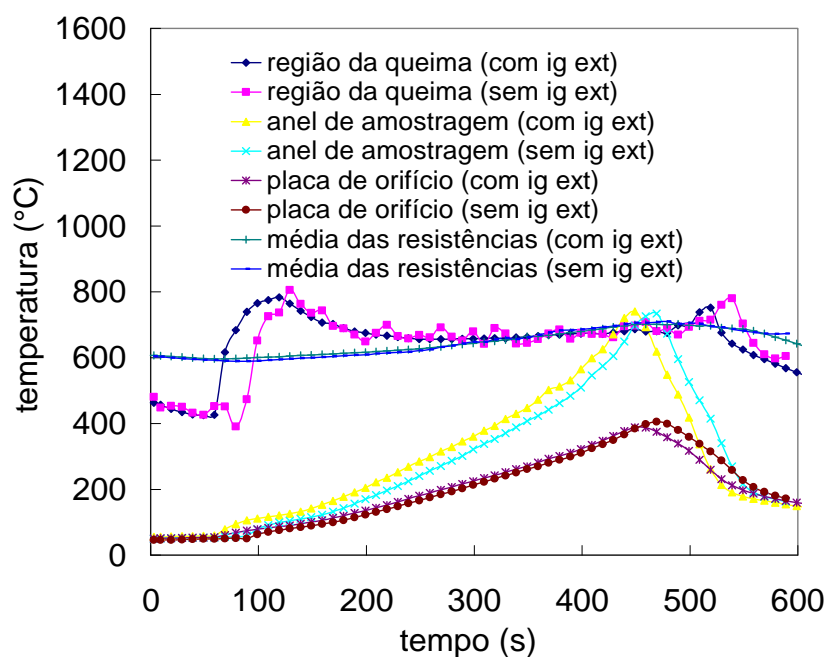


Figura G.14 - Temperaturas durante a combustão da *Parafina* com corante preto, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

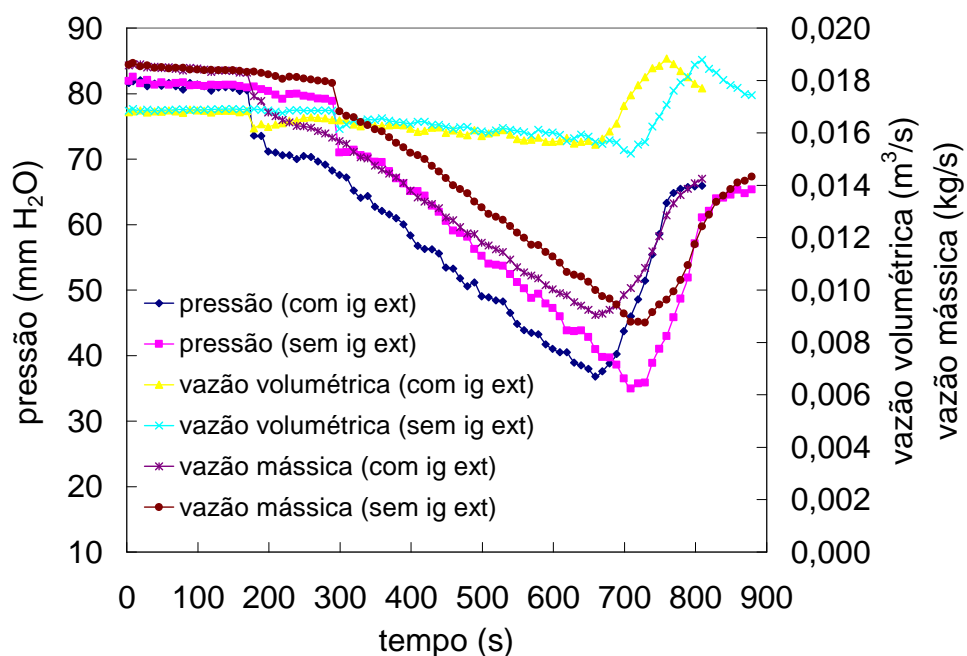


Figura G.15 - Pressão, vazão volumétrica e vazão mássica durante a combustão da *Parafina* com corante preto, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

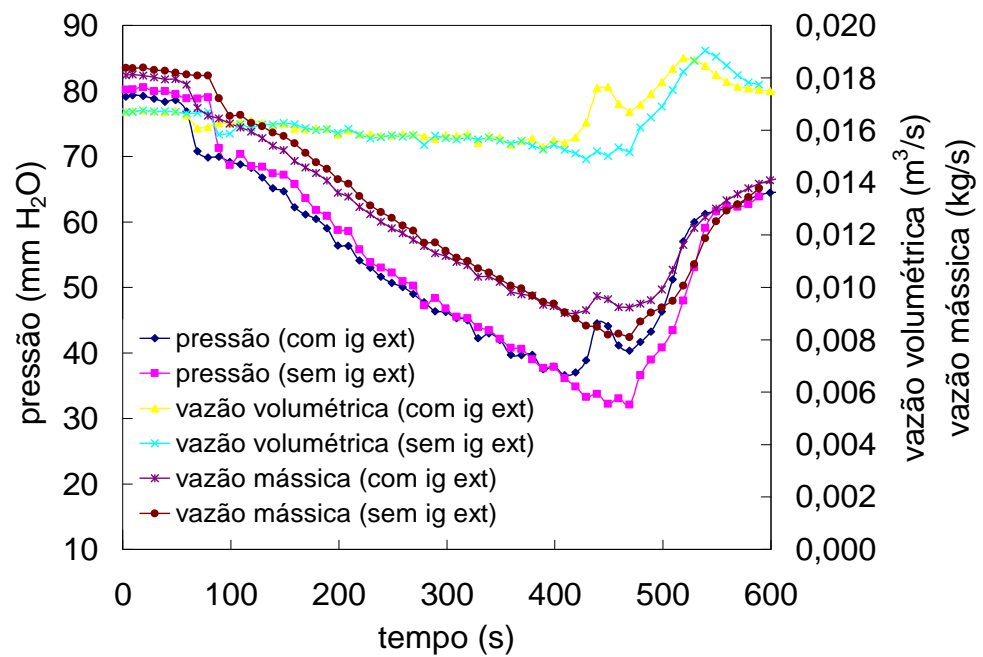


Figura G.16 - Pressão, vazão volumétrica e vazão mássica durante a combustão da *Parafina* com corante preto, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

**G.2 Resultados experimentais das características de inflamabilidade da Parafina com corante preto (CP) e negro de fumo (NF), com potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W, com e sem ignição externa**

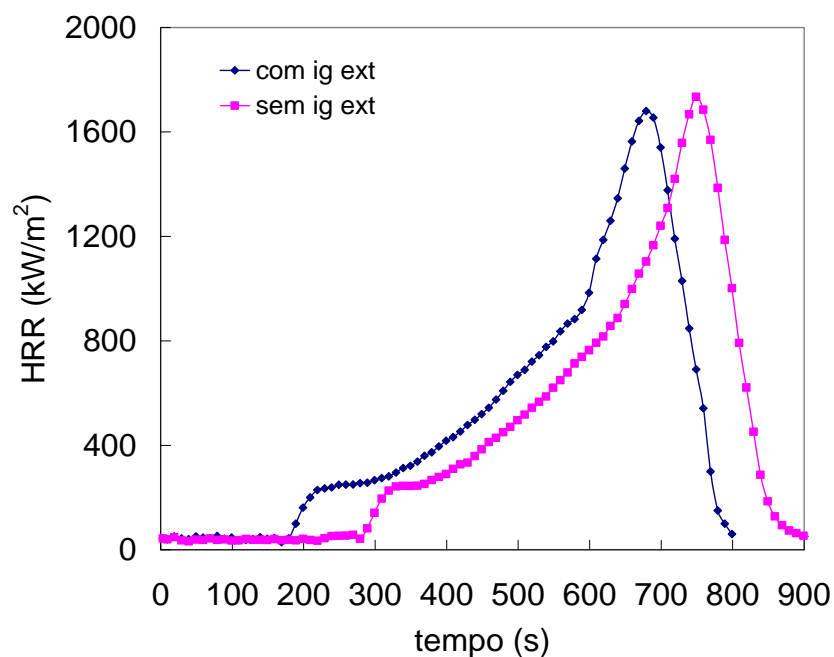


Figura G.17 - Taxa de liberação de calor, *HRR*, durante a combustão da *Parafina* com corante preto e negro de fumo, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

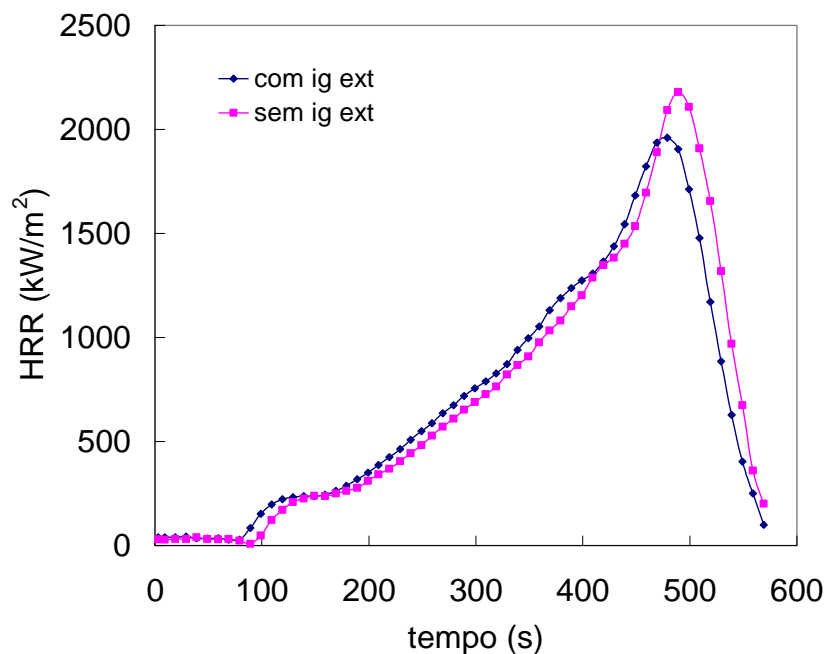


Figura G.18 - Taxa de liberação de calor,  $HRR$ , durante a combustão da *Parafina* com corante preto e negro de fumo, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

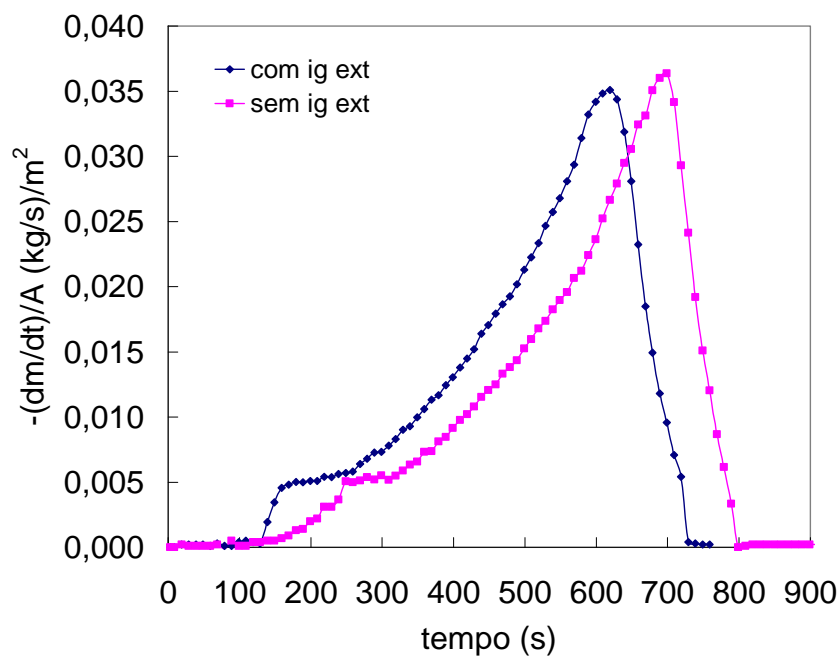


Figura G.19 - Taxa de consumo de massa durante a combustão da *Parafina* com corante preto e negro de fumo, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

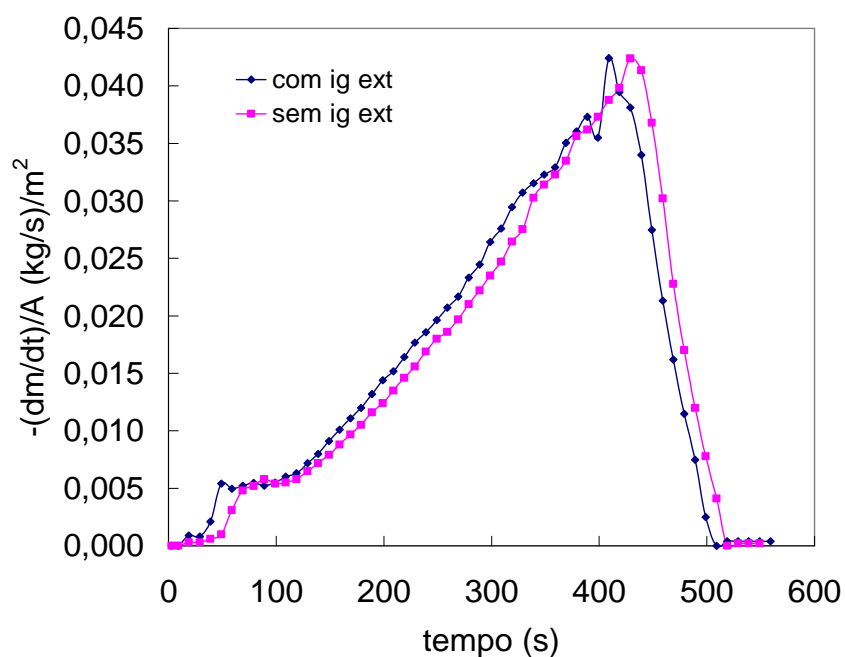


Figura G.20 - Taxa de consumo de massa durante a combustão da *Parafina* com corante preto e negro de fumo, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

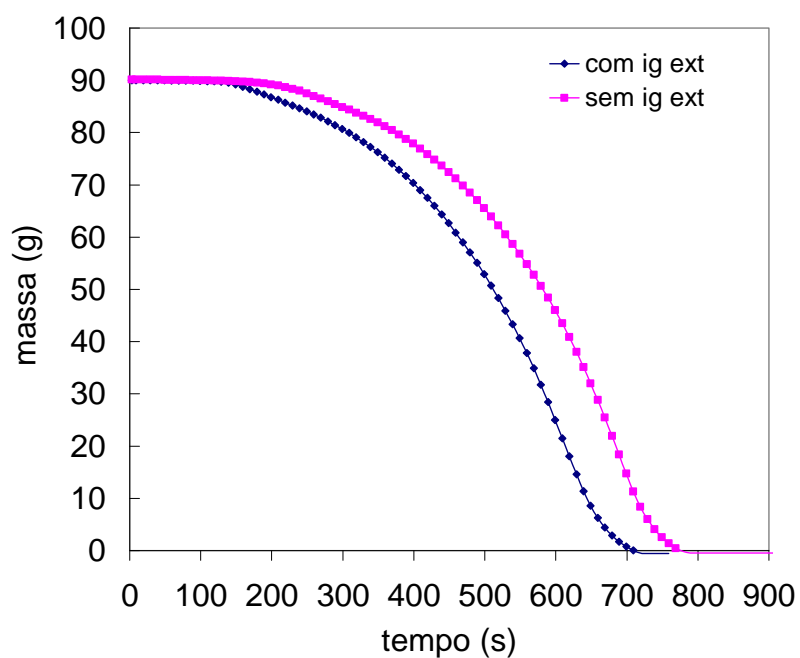


Figura G.21 - Evolução de massa durante a combustão da *Parafina* com corante preto e negro de fumo, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

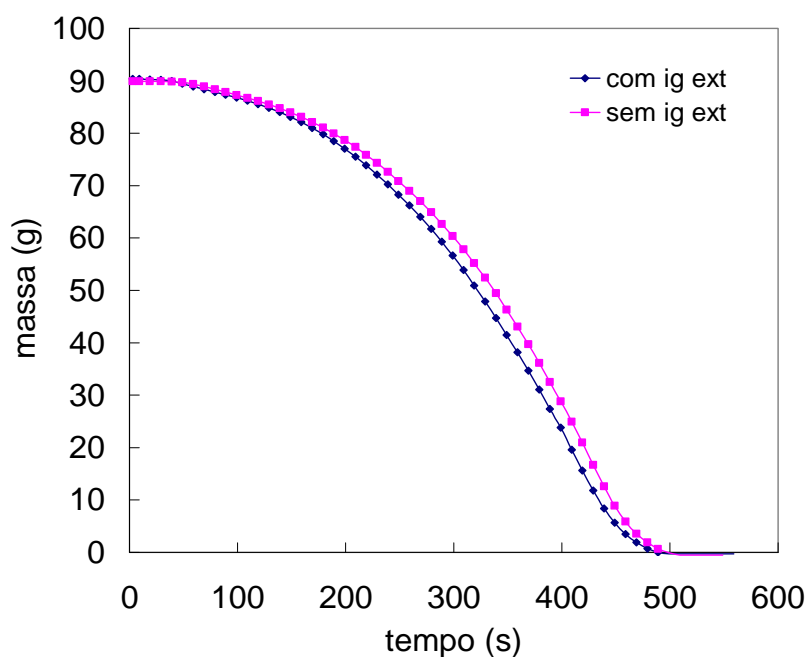


Figura G.22 - Evolução de massa durante a combustão da *Parafina* com corante preto e negro de fumo, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

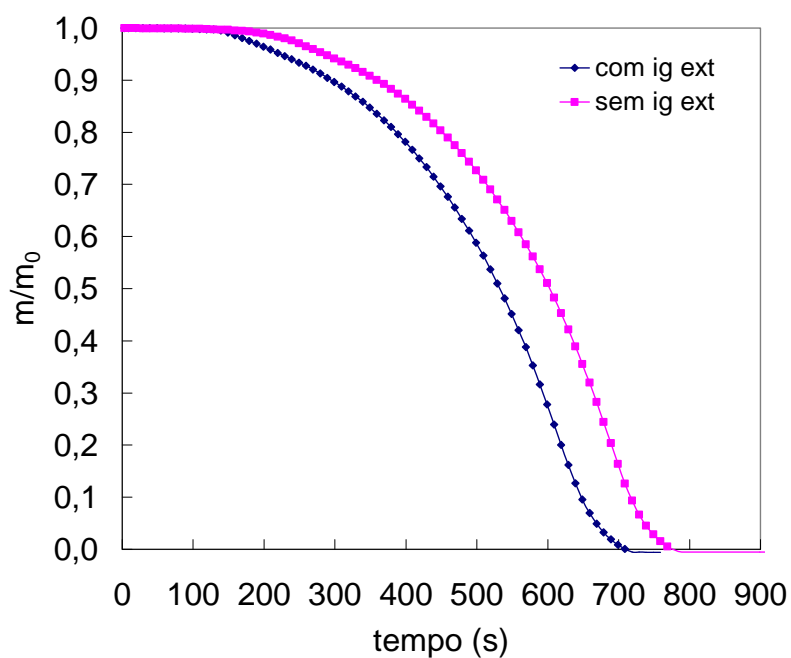


Figura G.23 - Evolução de massa normalizada durante a combustão da *Parafina* com corante preto e negro de fumo, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

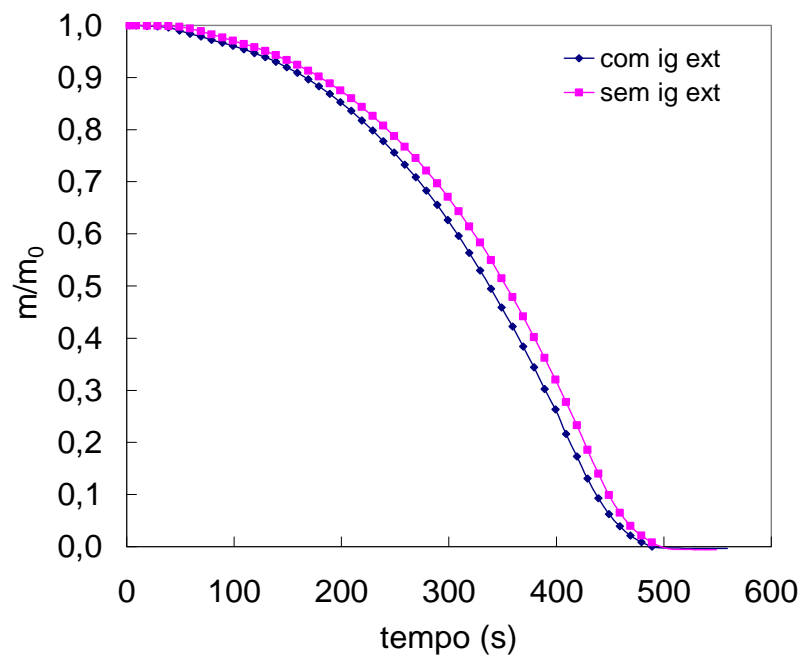


Figura G.24 - Evolução de massa normalizada durante a combustão da *Parafina* com corante preto e negro de fumo, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

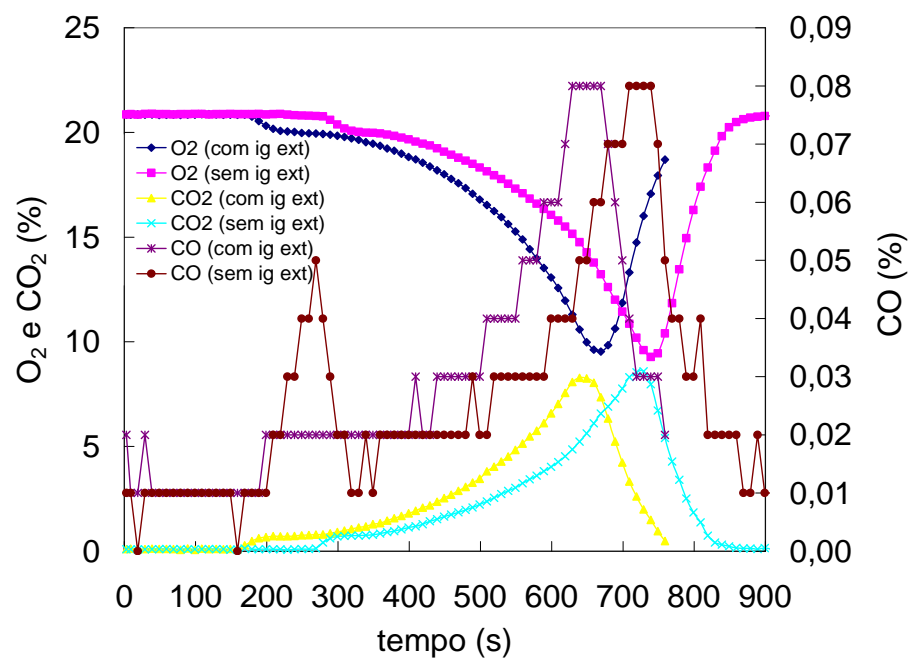


Figura G.25 - Frações molares de  $O_2$ ,  $CO_2$  e  $CO$  no durante a combustão da *Parafina* com corante preto e negro de fumo, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.



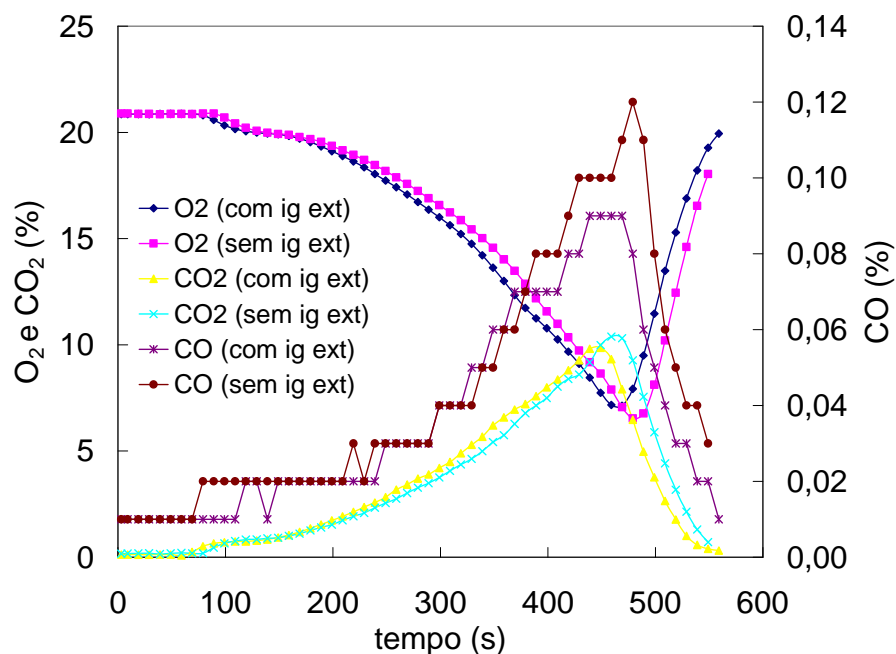


Figura G.26 - Frações molares de  $O_2$ ,  $CO_2$  e  $CO$  durante a combustão da *Parafina* com corante preto e negro de fumo, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

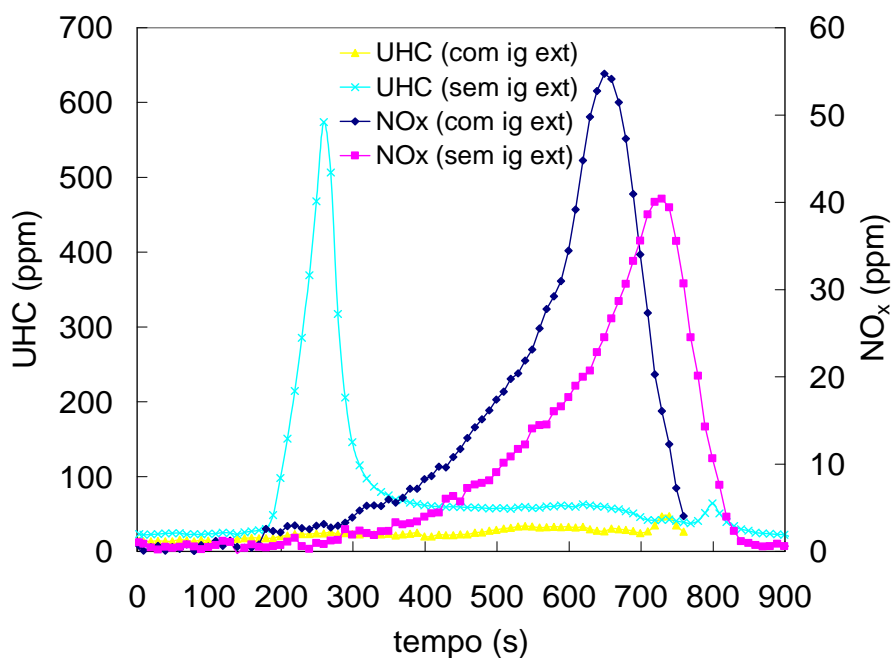


Figura G.27 - Frações molares de  $UHC$  e  $NO_x$  durante a combustão da *Parafina* com corante preto e negro de fumo, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

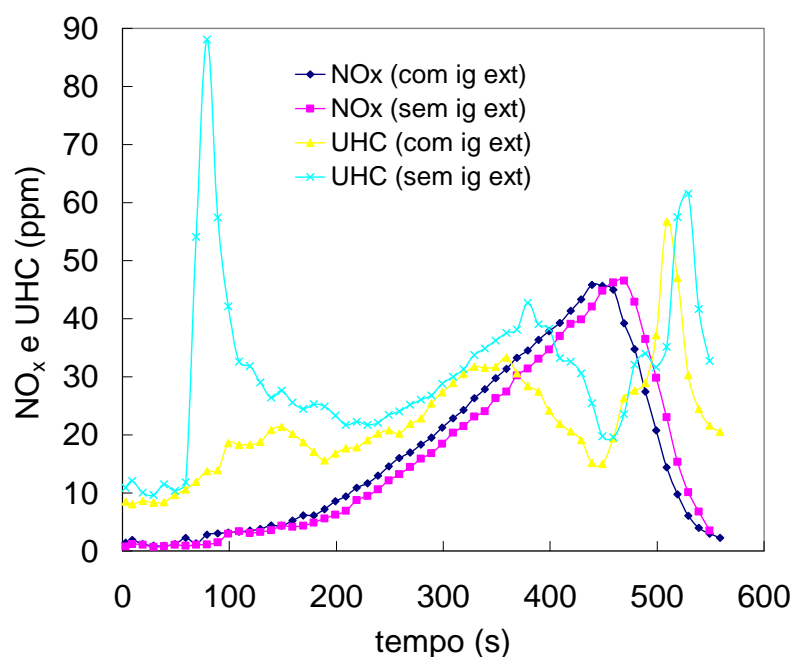


Figura G.28 - Frações molares de *UHC* e *NO<sub>x</sub>* durante a combustão da *Parafina* com corante preto e negro de fumo, com potência de aquecimento de 2100 *W*, com e sem ignição externa.

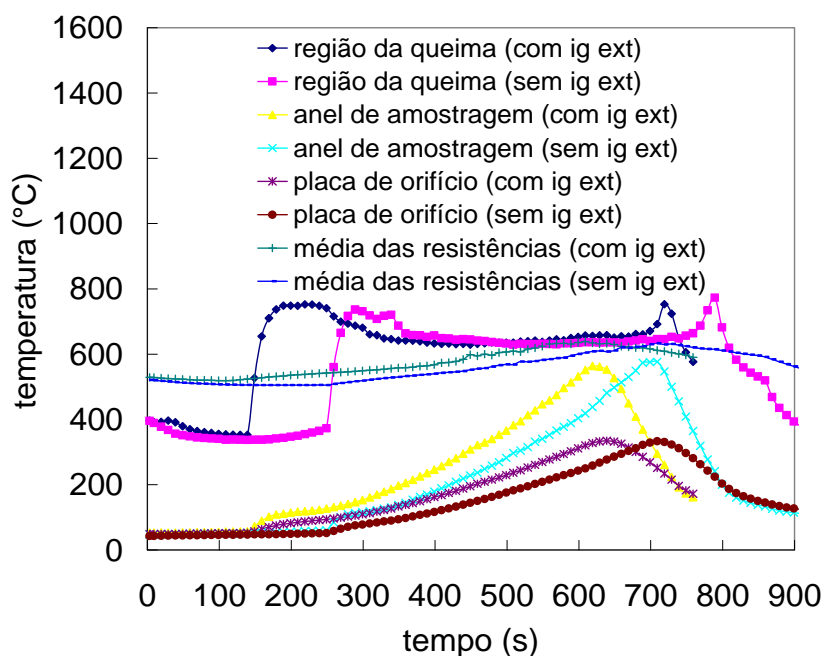


Figura G.29 - Temperaturas durante a combustão da *Parafina* com corante preto e negro de fumo, com potência de aquecimento de 1500 *W*, com e sem ignição externa.

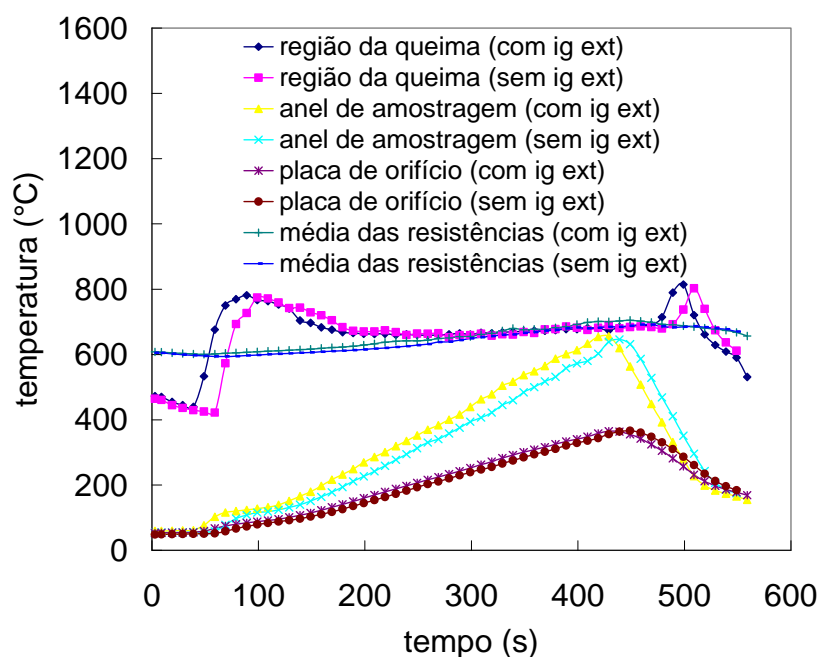


Figura G.30 - Temperaturas durante a combustão da *Parafina* com corante preto e negro de fumo, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

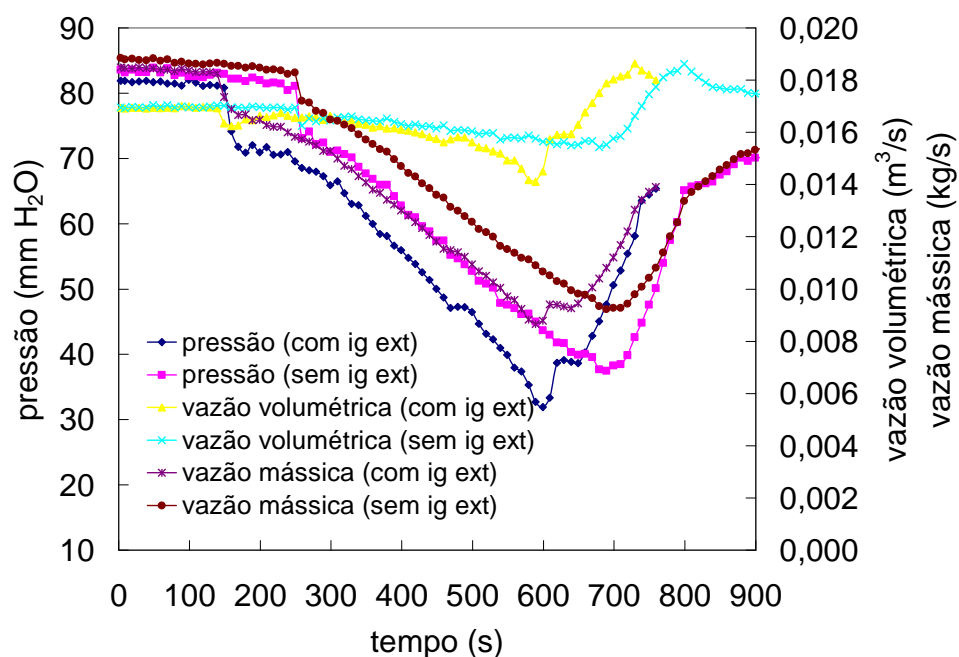


Figura G.31 - Pressão, vazão volumétrica e vazão mássica durante a combustão da *Parafina* com corante preto e negro de fumo, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

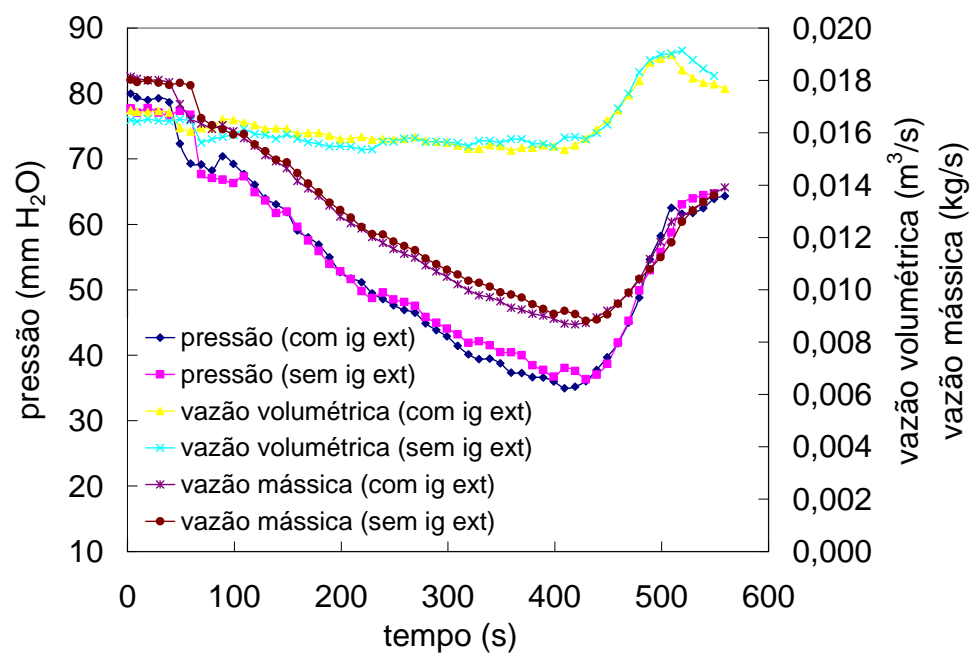


Figura G.32 - Pressão, vazão volumétrica e vazão mássica durante a combustão da *Parafina* com corante preto e negro de fumo, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

**G.3 Resultados experimentais das características de inflamabilidade da *Parafina* com corante preto (CP) e nanofibra de carbono (NFC), com potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W, com e sem ignição externa**

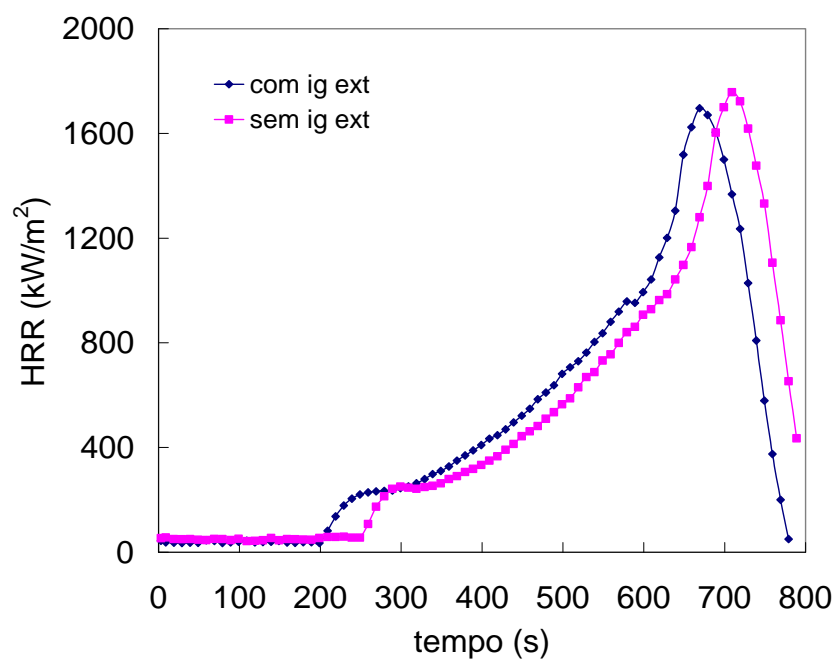


Figura G.33 - Taxa de liberação de calor,  $HRR$ , durante a combustão da *Parafina* com corante preto e nanofibra de carbono, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

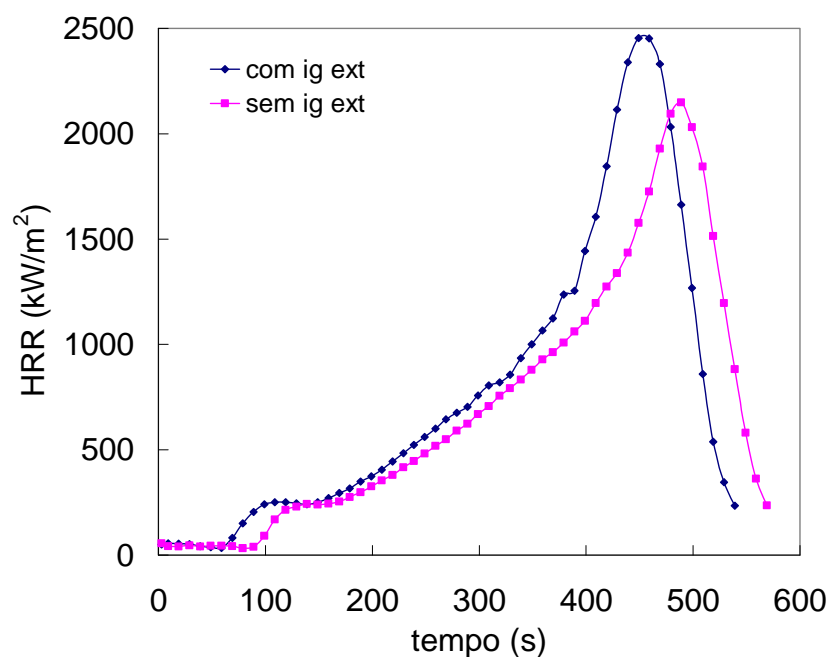


Figura G.34 - Taxa de liberação de calor,  $HRR$ , durante a combustão da *Parafina* com corante preto e nanofibra de carbono, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

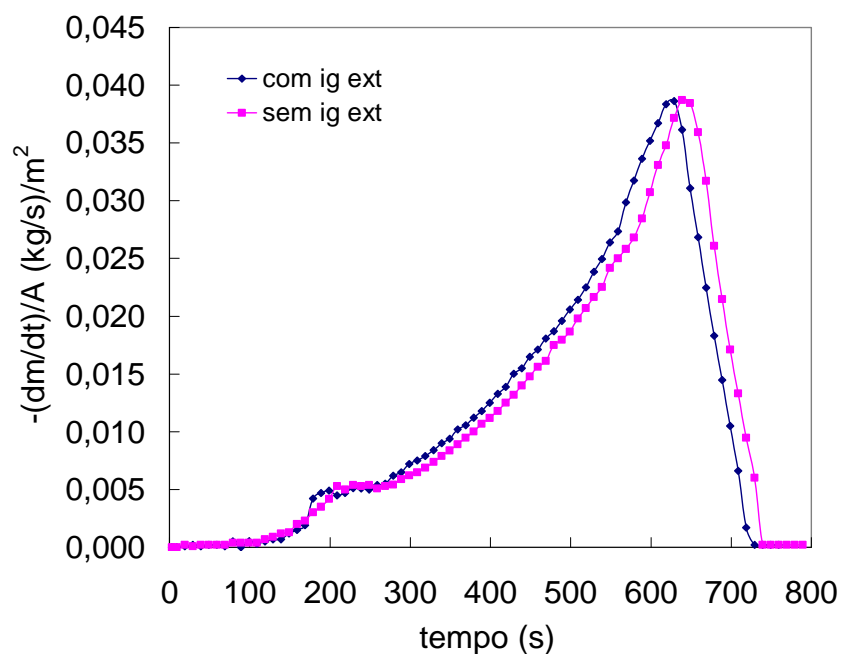


Figura G.35 - Taxa de consumo de massa durante a combustão da *Parafina* com corante preto e nanofibra de carbono, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

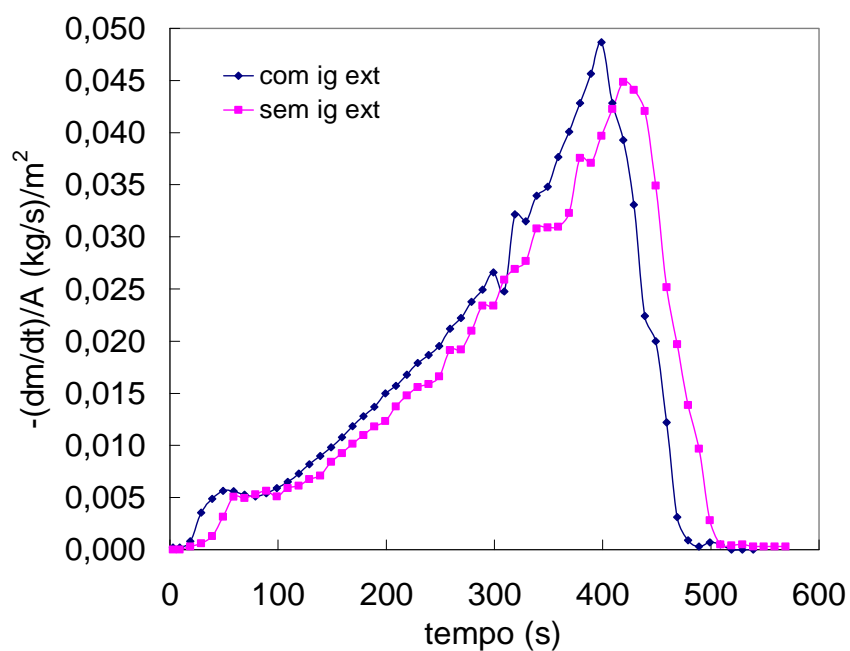


Figura G.36 - Taxa de consumo de massa durante a combustão da *Parafina* com corante preto e nanofibra de carbono, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

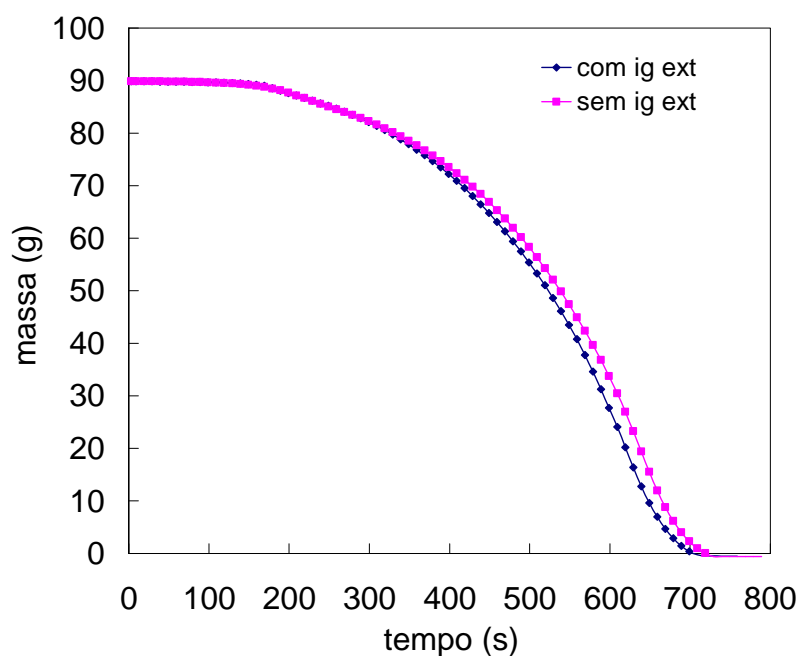


Figura G.37 - Evolução de massa durante a combustão da *Parafina* com corante preto e nanofibra de carbono, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

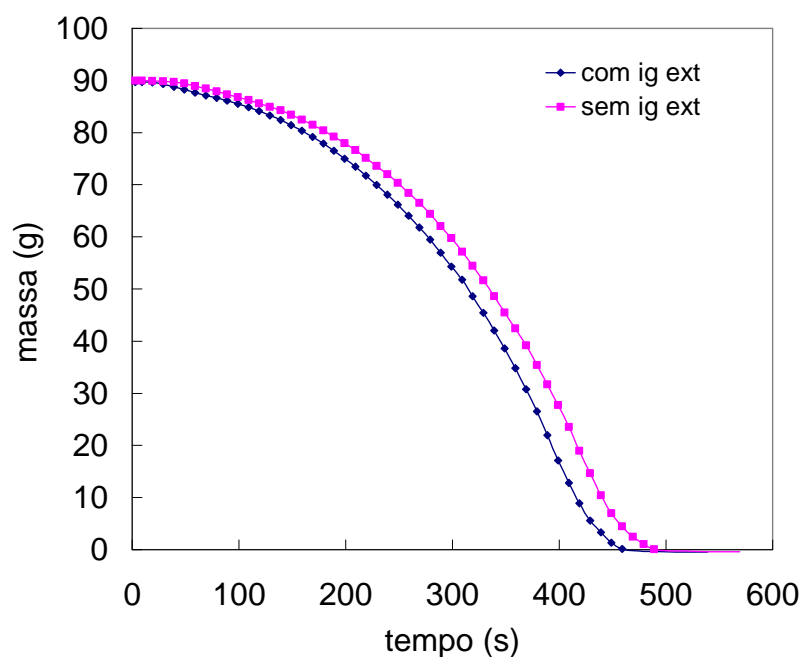


Figura G.38 - Evolução de massa durante a combustão da *Parafina* com corante preto e nanofibra de carbono, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

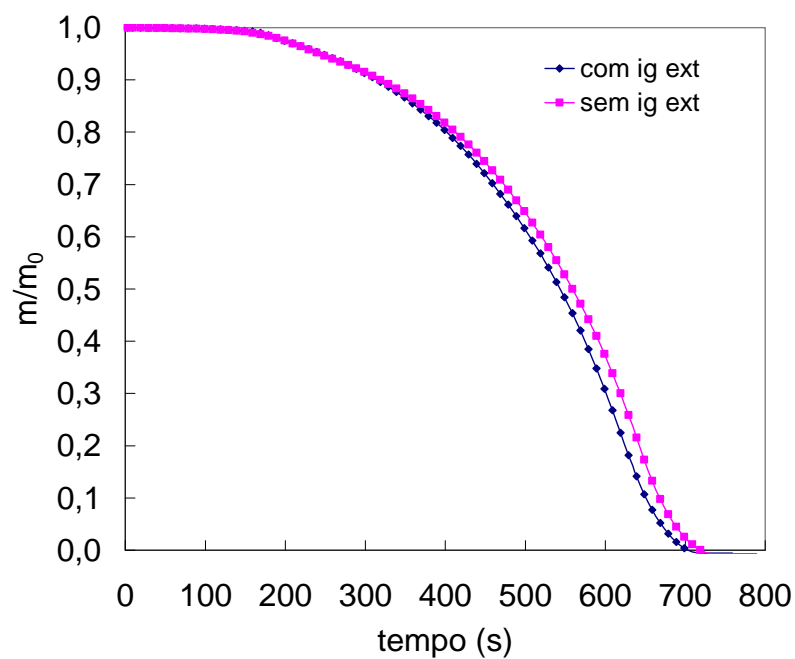


Figura G.39 - Evolução de massa normalizada durante a combustão da *Parafina* com corante preto e nanofibra de carbono, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.



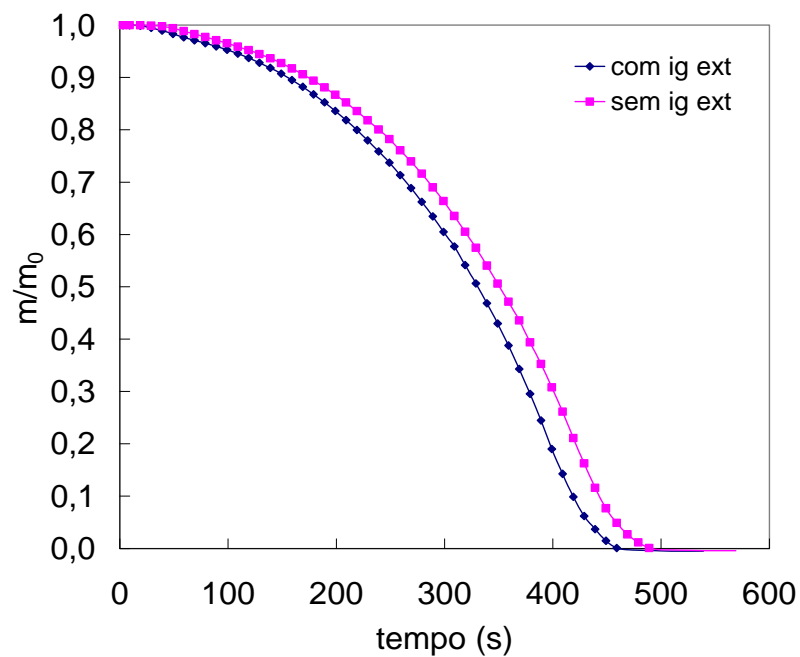


Figura G.40 - Evolução de massa normalizada durante a combustão da *Parafina* com corante preto e nanofibra de carbono, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

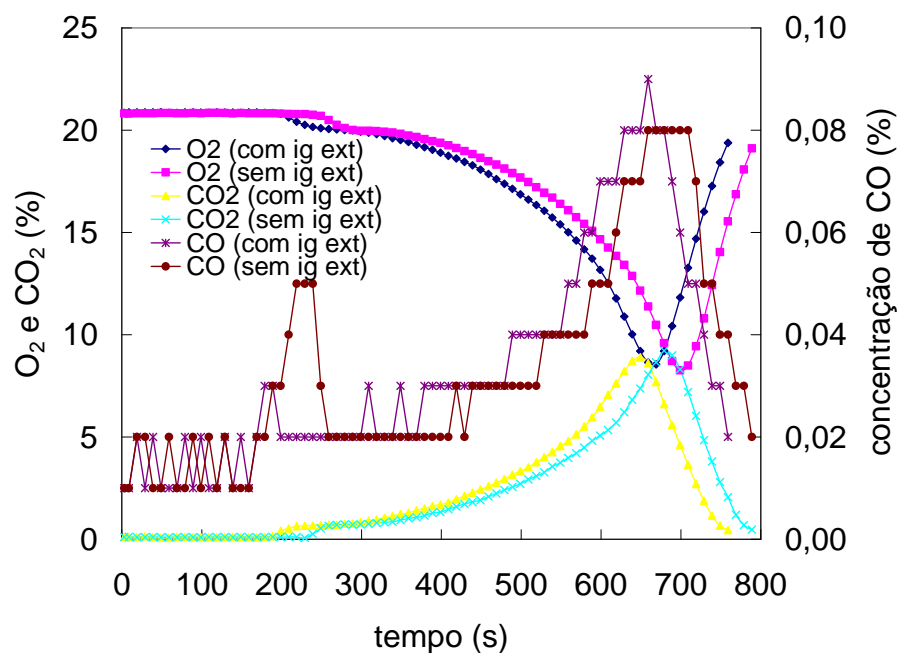


Figura G.41 - Frações molares de  $O_2$ ,  $CO_2$  e  $CO$  durante a combustão da *Parafina* com corante preto e nanofibra de carbono, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

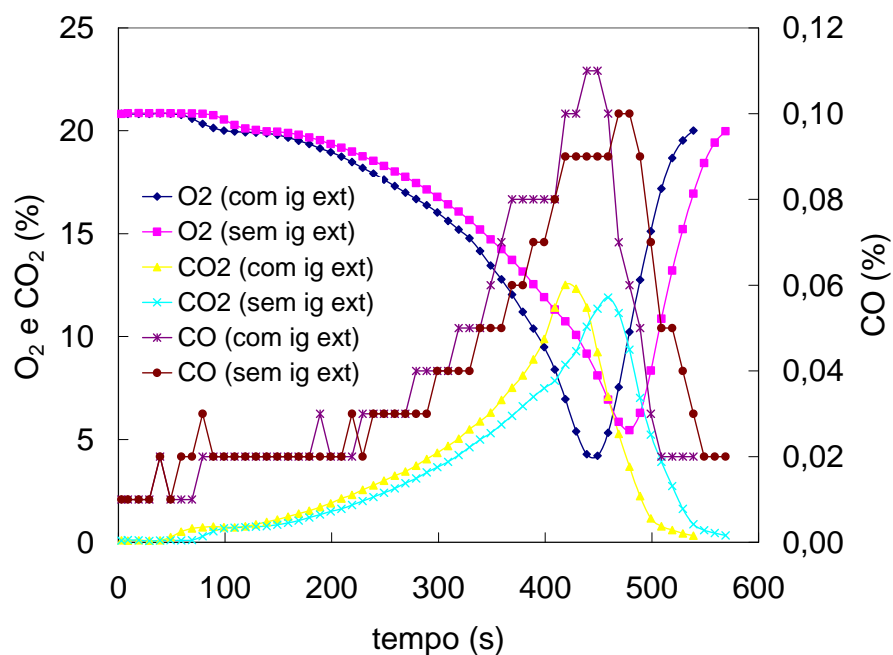


Figura G.42 - Frações molares de  $O_2$ ,  $CO_2$  e  $CO$  durante a combustão da *Parafina* com corante preto e nanofibra de carbono, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

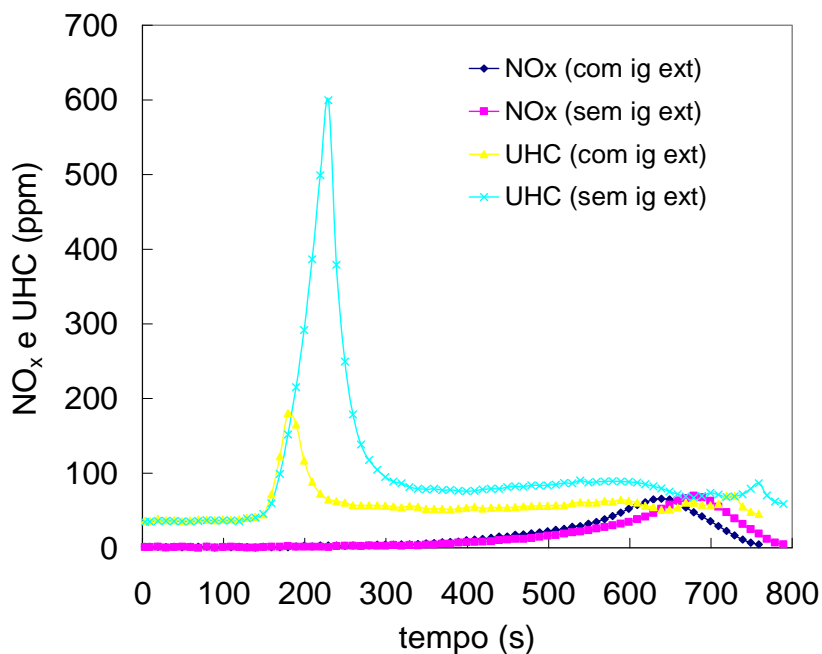


Figura G.43 - Frações molares de  $UHC$  e  $NO_x$  durante a combustão da *Parafina* com corante preto e nanofibra de carbono, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

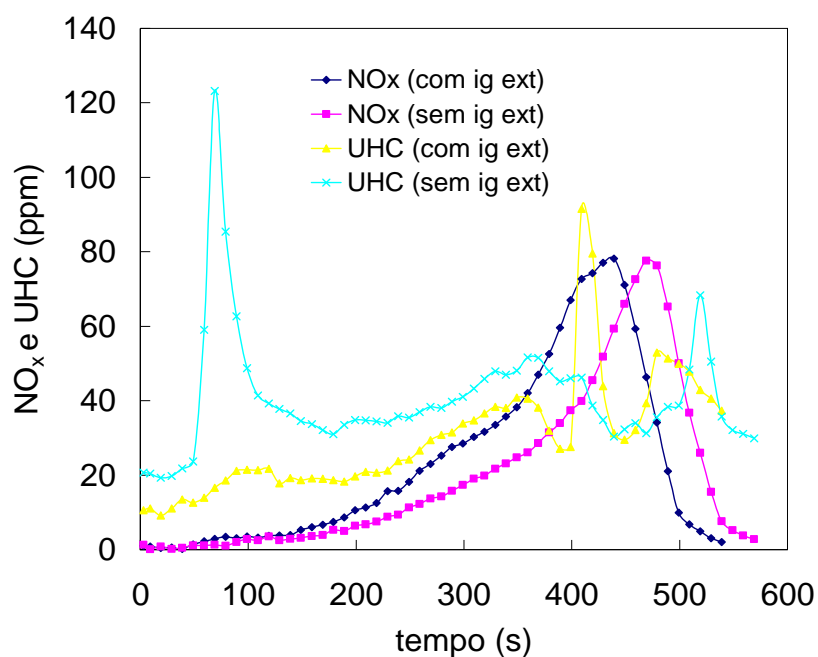


Figura G.44 - Frações molares de *UHC* e *NO<sub>x</sub>* durante a combustão da *Parafina* com corante preto e nanofibra de carbono, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

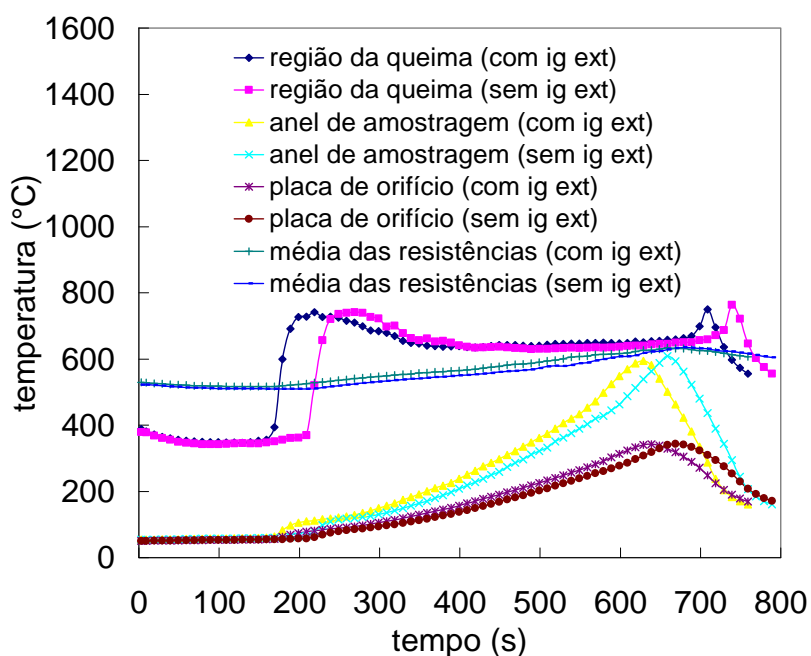


Figura G.45 - Temperaturas durante a combustão da *Parafina* com corante preto e nanofibra de carbono, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

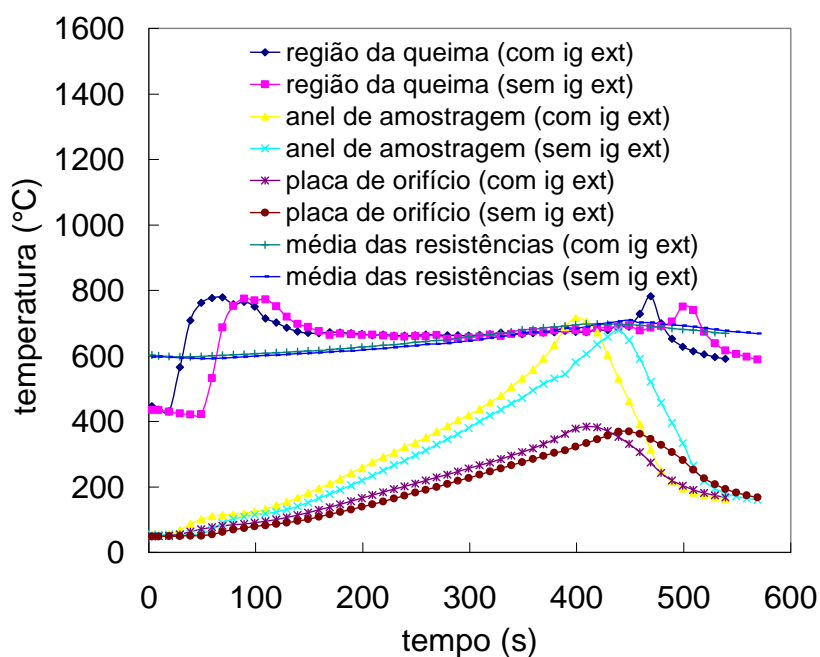


Figura G.46 - Temperaturas durante a combustão da *Parafina* com corante preto e nanofibra de carbono, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

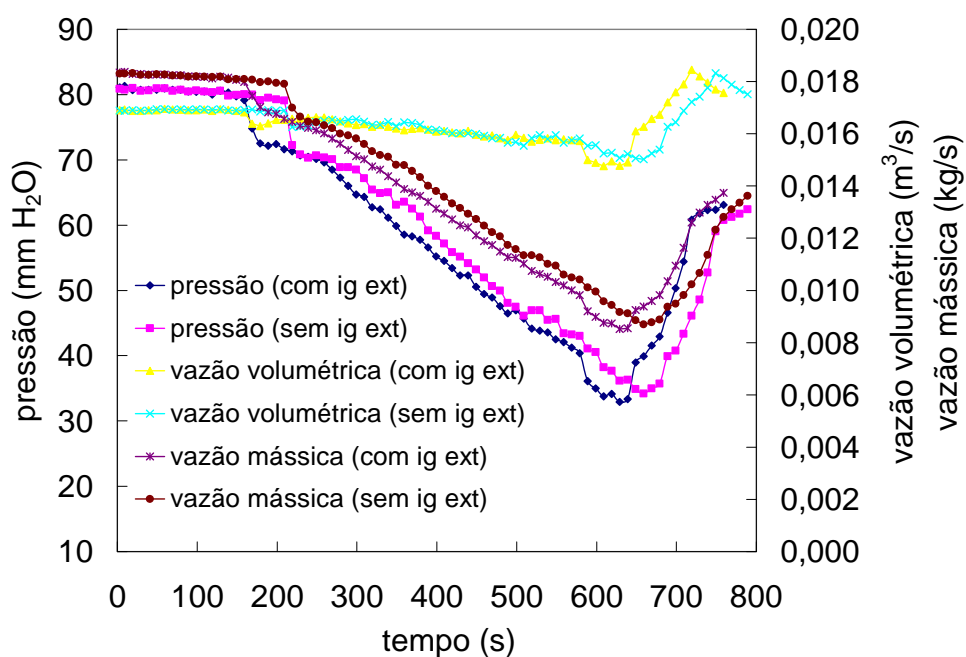


Figura G.47 - Pressão, vazão volumétrica e vazão mássica durante a combustão da *Parafina* com corante preto e nanofibra de carbono, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

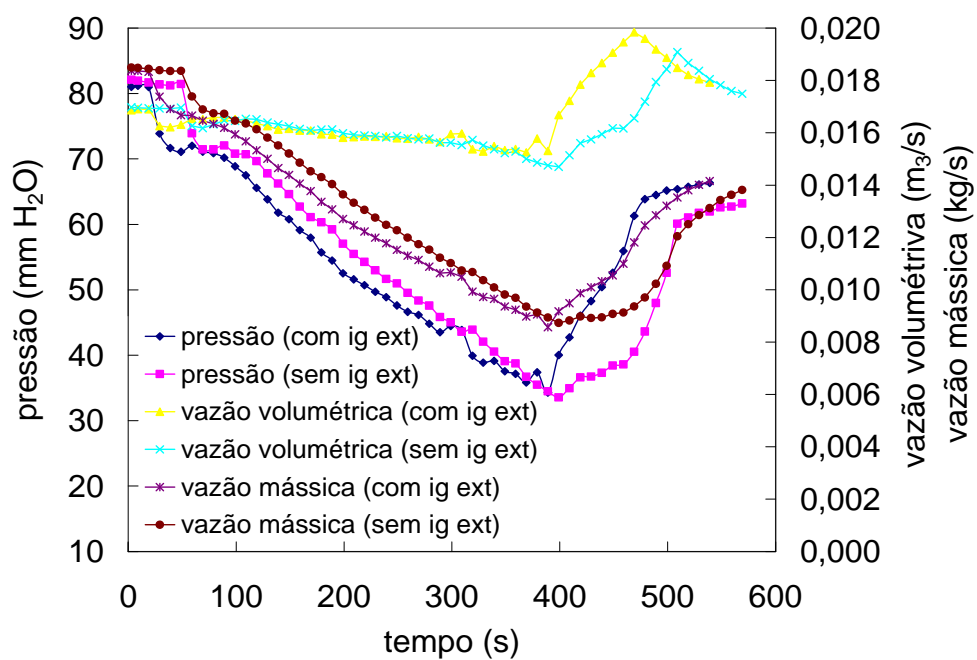


Figura G.48 - Pressão, vazão volumétrica e vazão mássica durante a combustão da *Parafina* com corante preto e nanofibra de carbono, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

**G.4 Resultados experimentais das características de inflamabilidade do *LHNA 02*, com potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W, com e sem ignição externa**

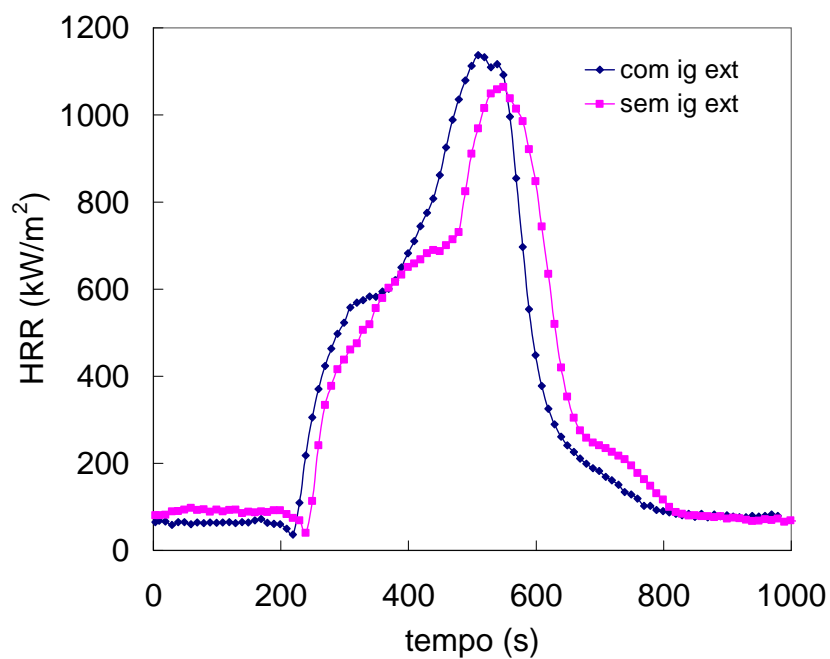


Figura G.49 - Taxa de liberação de calor, *HRR*, durante a combustão do *LHNA 02*, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

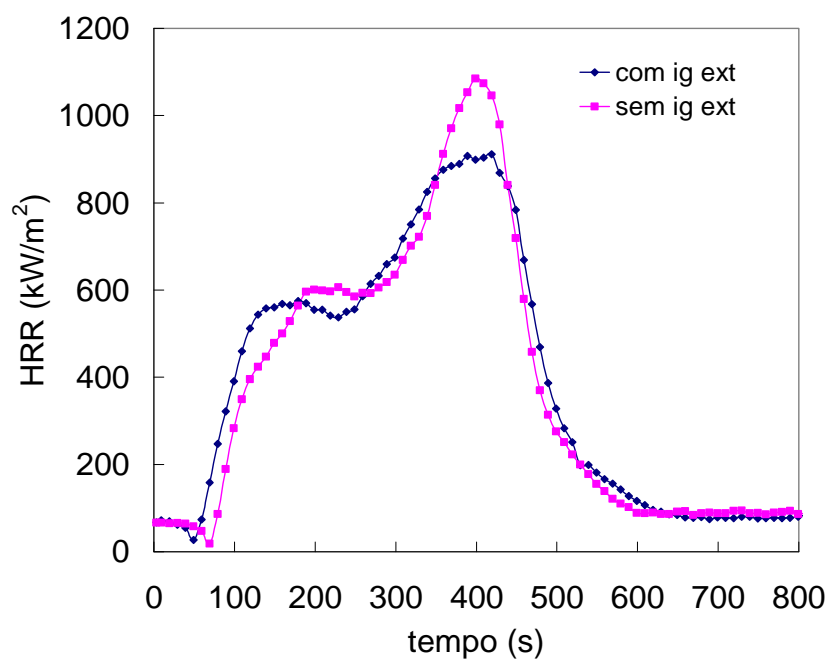


Figura G.50 - Taxa de liberação de calor,  $HRR$ , durante a combustão do *LHNA 02*, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

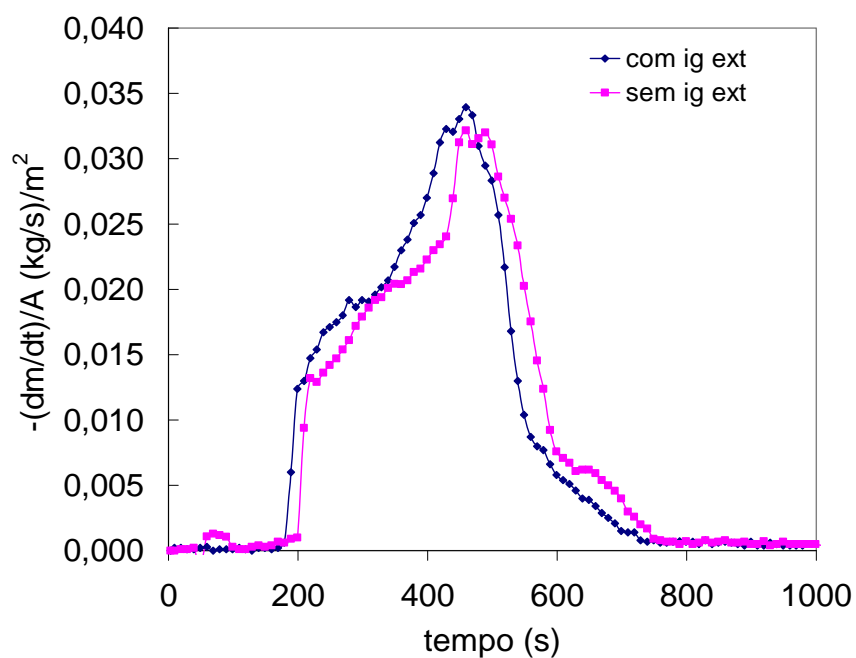


Figura G.51 - Taxa de consumo de massa durante a combustão do *LHNA 02*, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

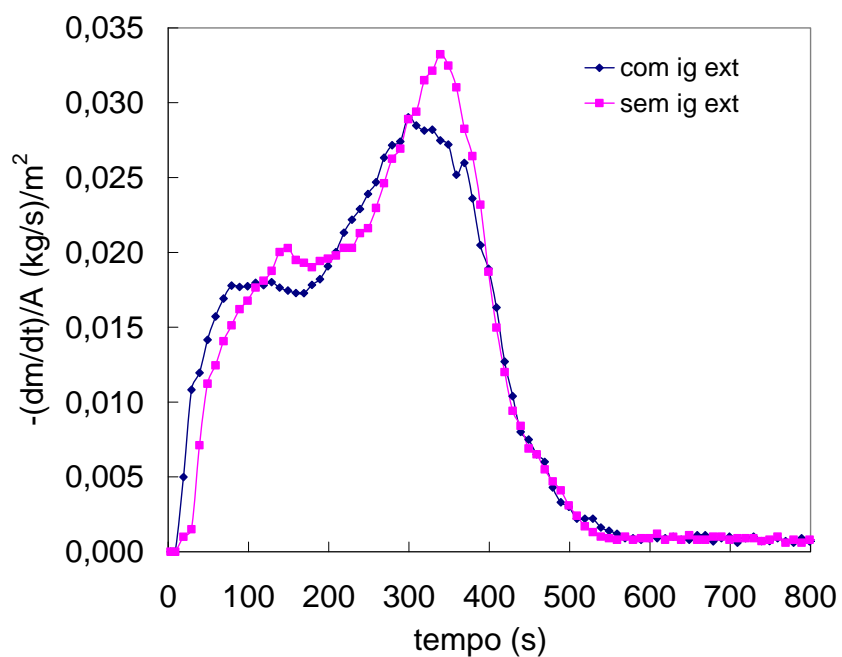


Figura G.52 - Taxa de consumo de massa durante a combustão do *LHNA 02*, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

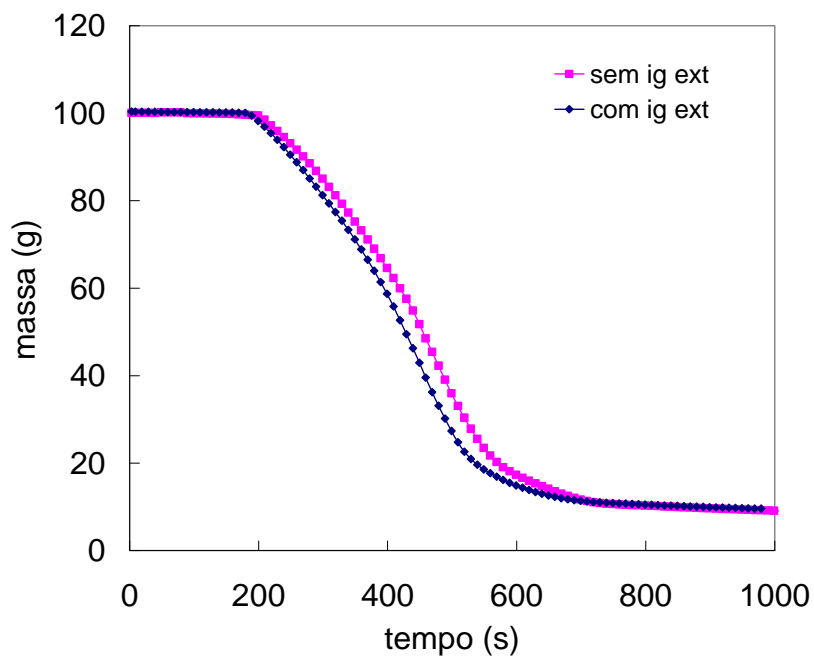


Figura G.53 - Evolução de massa durante a combustão do *LHNA 02*, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.



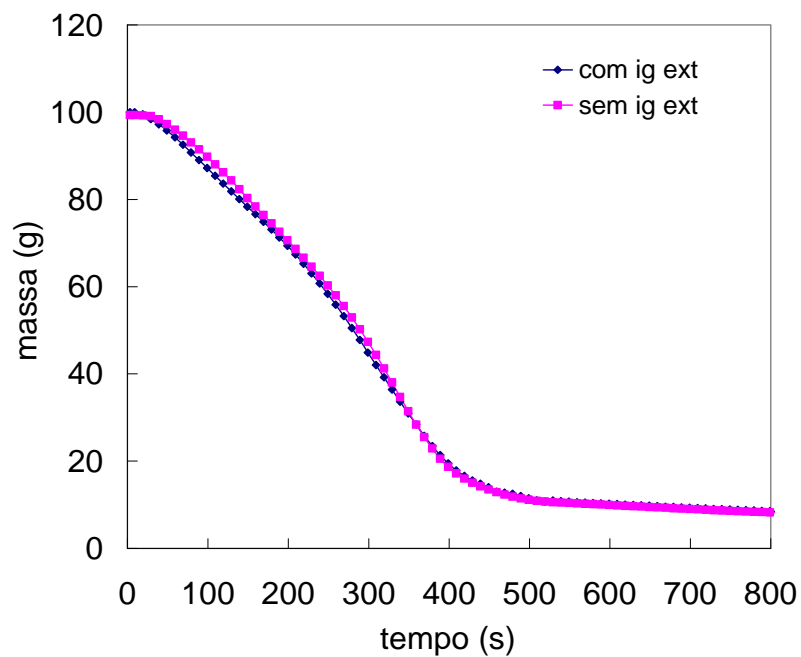


Figura G.54 - Evolução de massa durante a combustão do *LHNA 02*, com potência de aquecimento de 2100 *W* com e sem ignição externa.

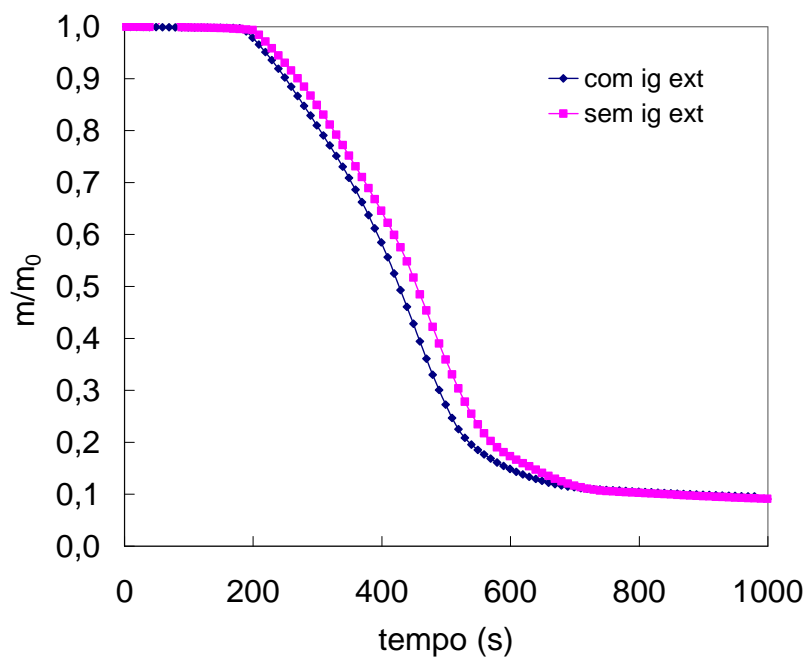


Figura G.55 - Evolução de massa normalizada durante a combustão do *LHNA 02*, com potência de aquecimento de 1500 *W*, com e sem ignição externa.

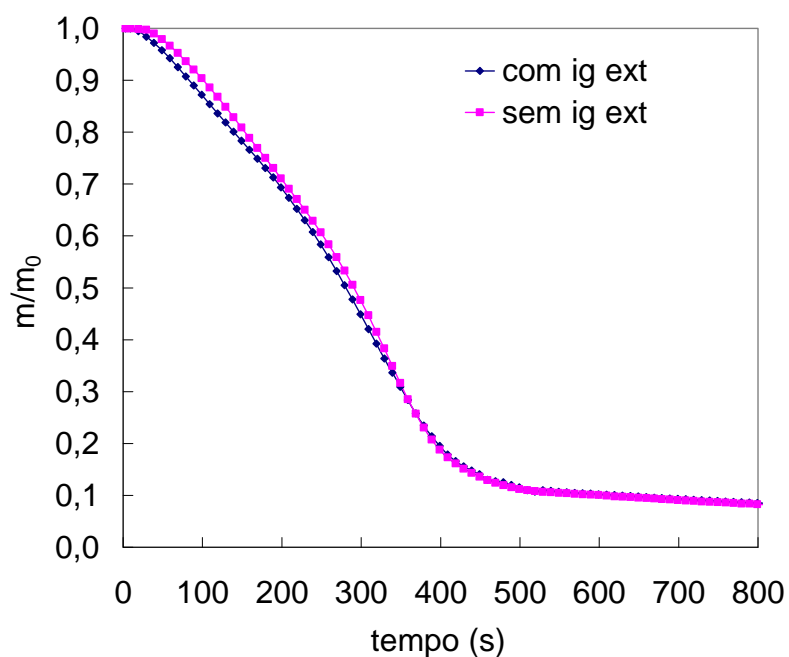


Figura G.56 - Evolução de massa normalizada durante a combustão do *LHNA O2*, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

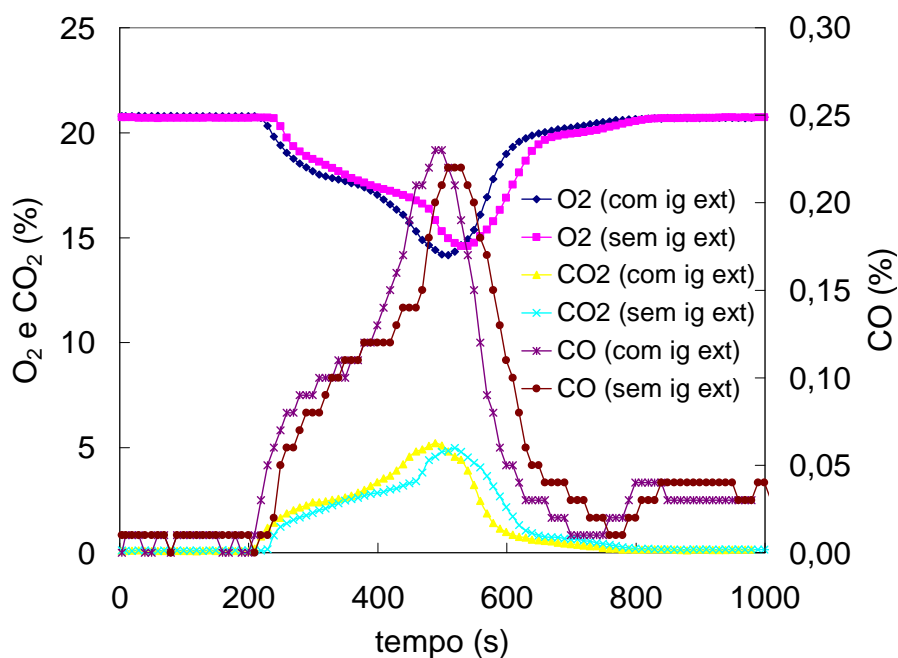


Figura G.57 - Frações molares de  $O_2$ ,  $CO_2$  e  $CO$  durante a combustão do *LHNA O2*, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

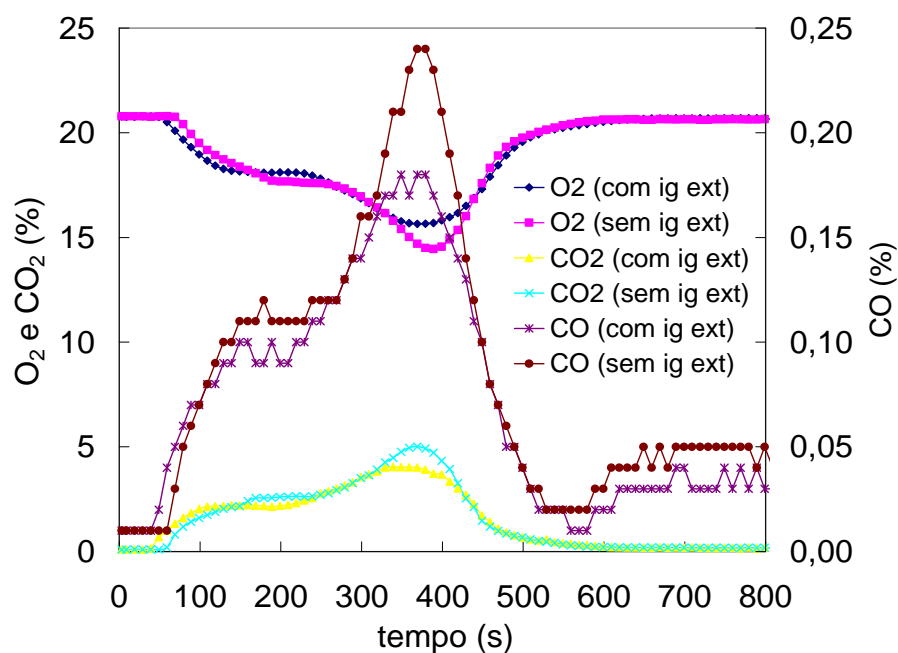


Figura G.58 - Frações molares de  $O_2$ ,  $CO_2$  e  $CO$  durante a combustão do LHNA 02, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

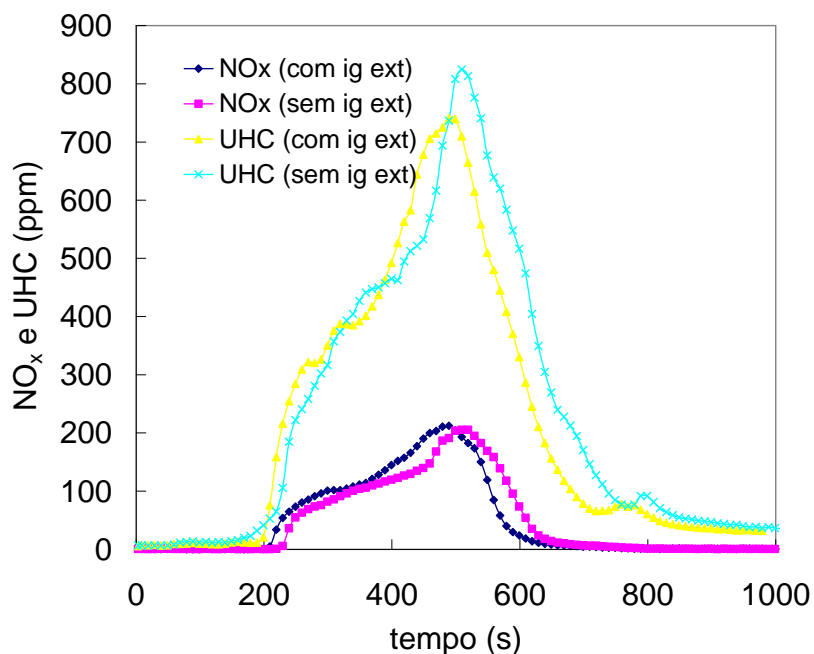


Figura G.59 - Frações molares de  $UHC$  e  $NO_x$  durante a combustão do LHNA 02, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

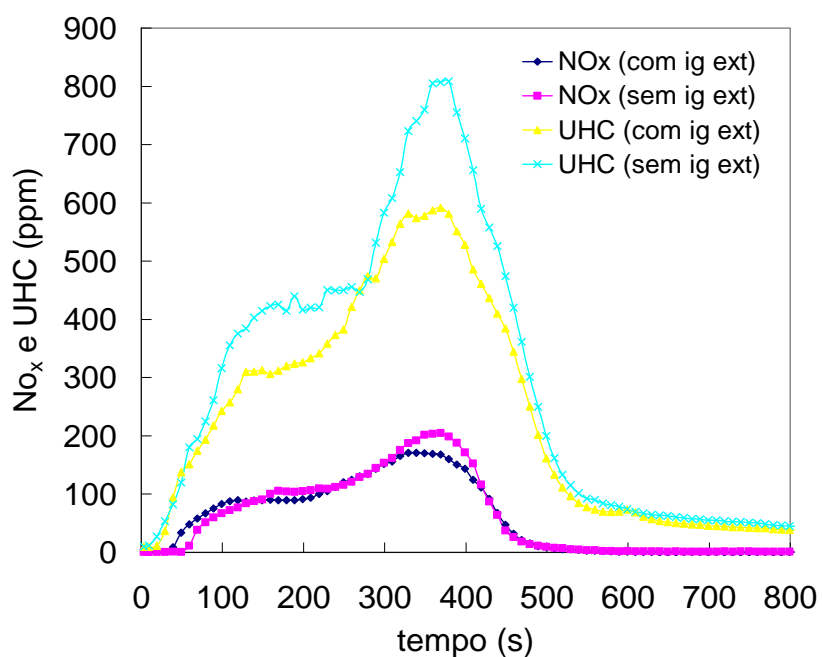


Figura G.60 - Frações molares de  $UHC$  e  $NO_x$  durante a combustão do  $LHNA\ 02$ , com potência de aquecimento de  $2100\ W$ , com e sem ignição externa.

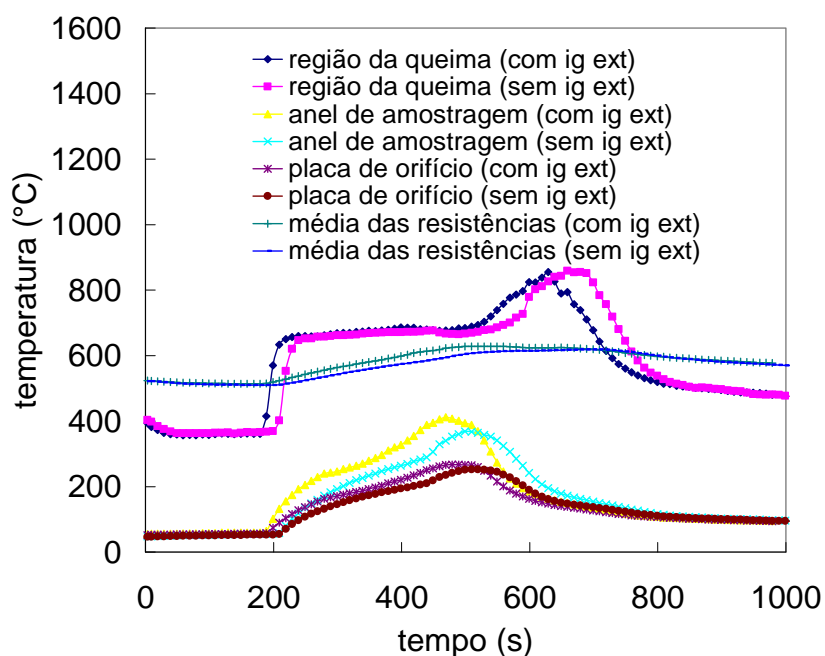


Figura G.61 - Temperaturas durante a combustão do  $LHNA\ 02$ , com potência de aquecimento de  $1500\ W$ , com e sem ignição externa.

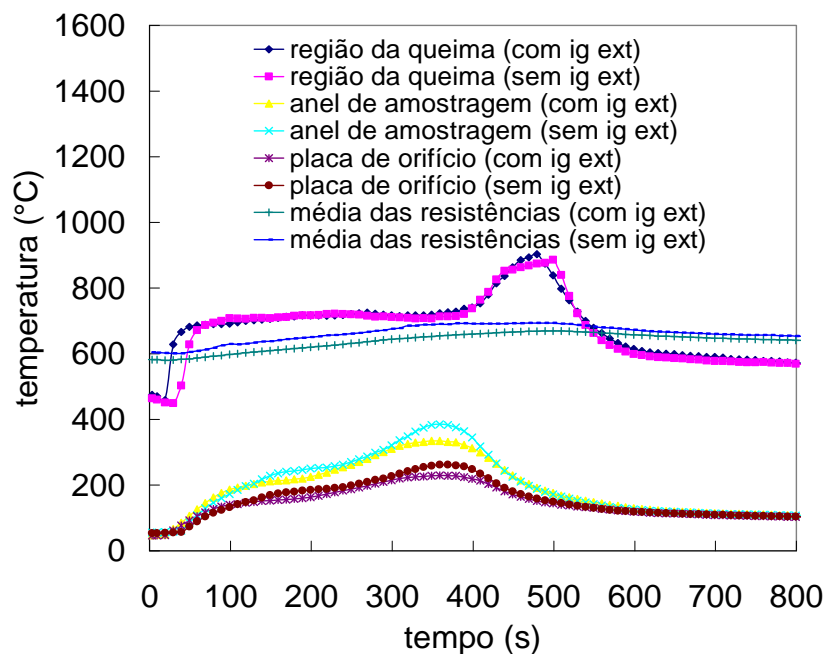


Figura G.62 - Temperaturas durante a combustão do *LHNA 02*, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

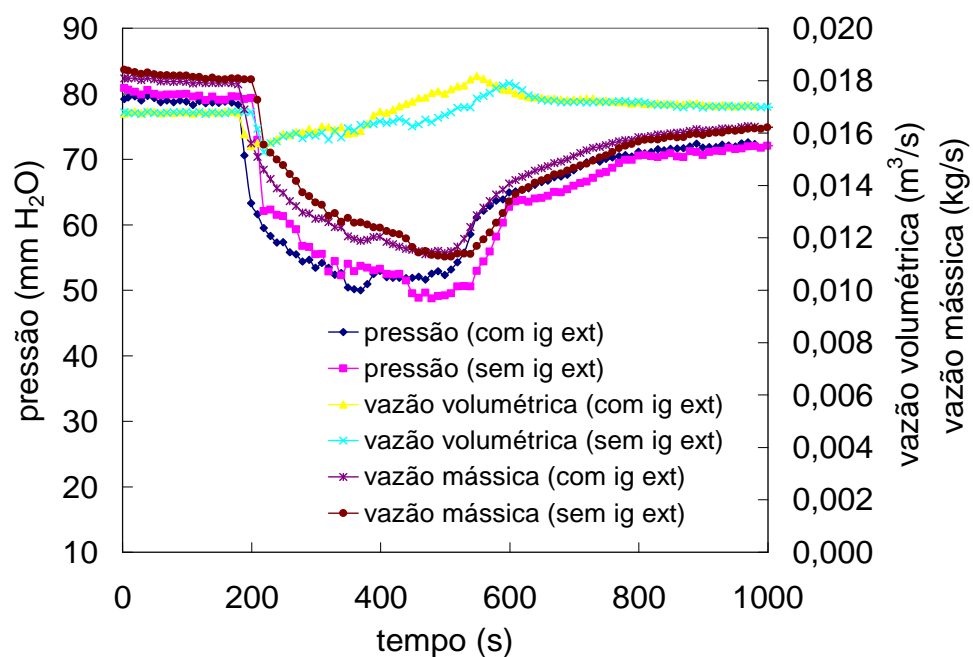


Figura G.63 - Pressão, vazão volumétrica e vazão mássica durante a combustão do *LHNA 02*, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

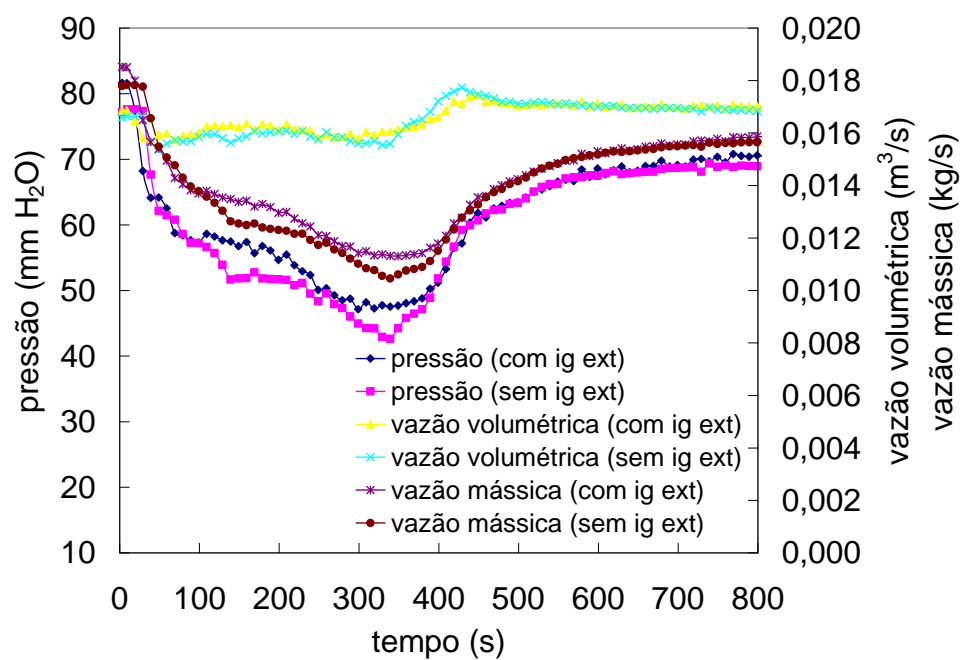


Figura G.64 - Pressão, vazão volumétrica e vazão mássica durante a combustão do *LHNA 02*, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

**G.5 Resultados experimentais das características de inflamabilidade do *PTDT*, com potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W, com e sem ignição externa**

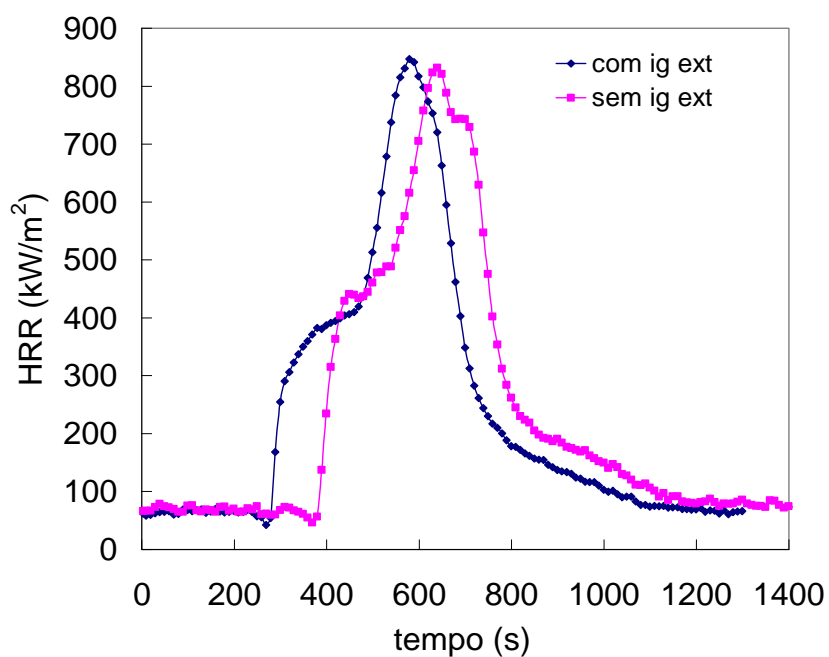


Figura G.65 - Taxa de liberação de calor, *HRR*, durante a combustão do *PTDT*, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

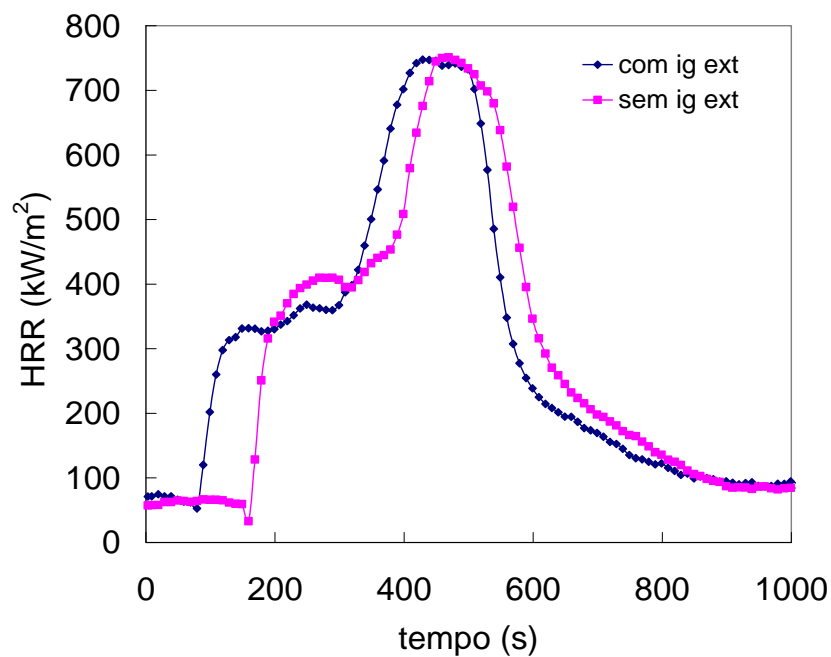


Figura G.66 - Taxa de liberação de calor,  $HRR$ , durante a combustão do  $PTDT$ , com potência de aquecimento de  $2100\text{ W}$ , com e sem ignição externa.

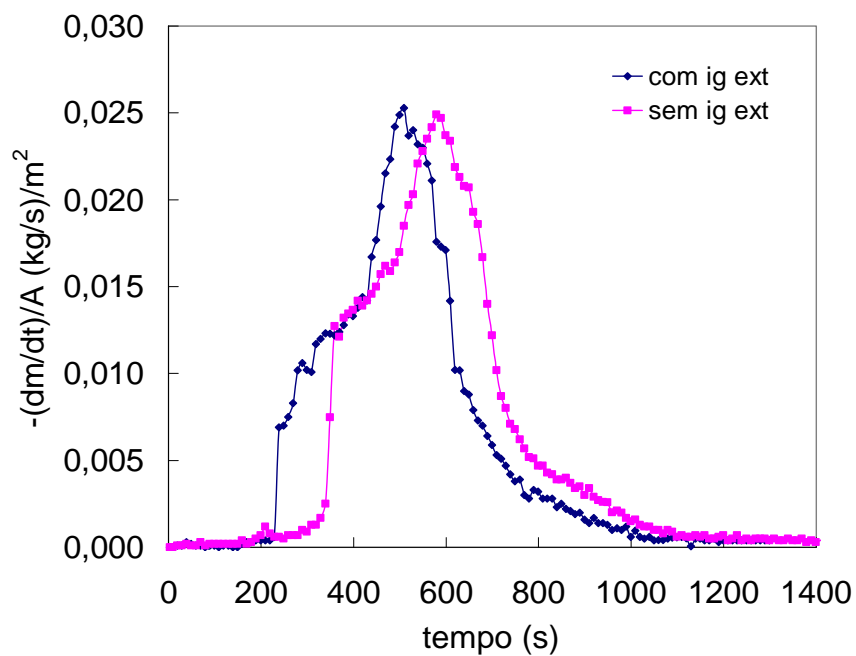


Figura G.67 - Taxa de consumo de massa durante a combustão do  $PTDT$ , com potência de aquecimento de  $1500\text{ W}$ , com e sem ignição externa.



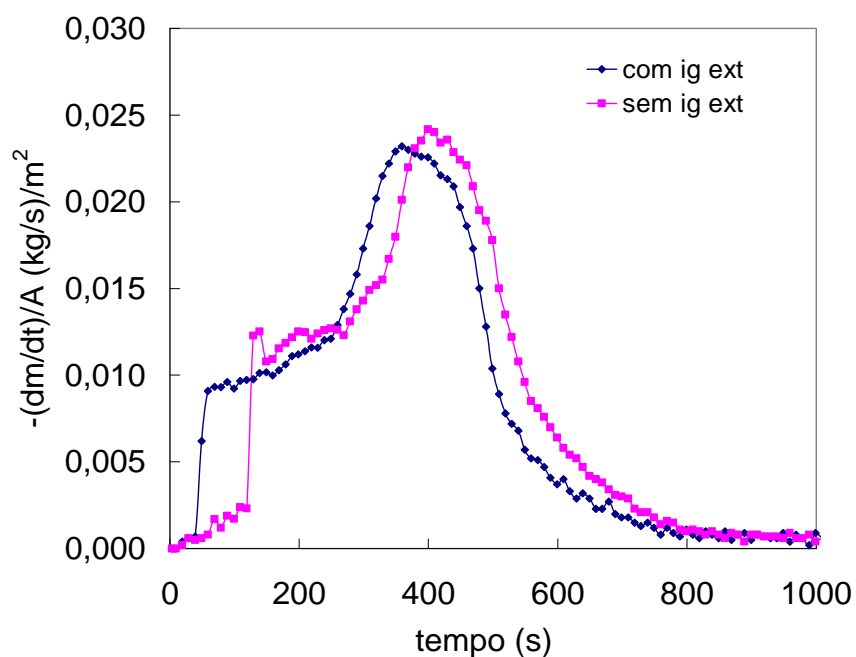


Figura G.68 - Taxa de consumo de massa durante a combustão do *PTDT*, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

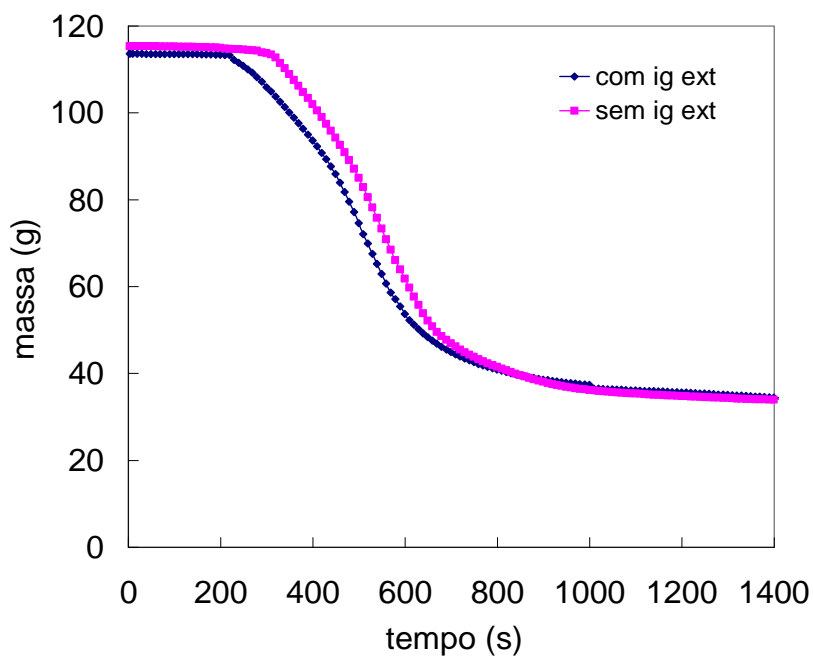


Figura G.69 - Evolução de massa durante a combustão do *PTDT*, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

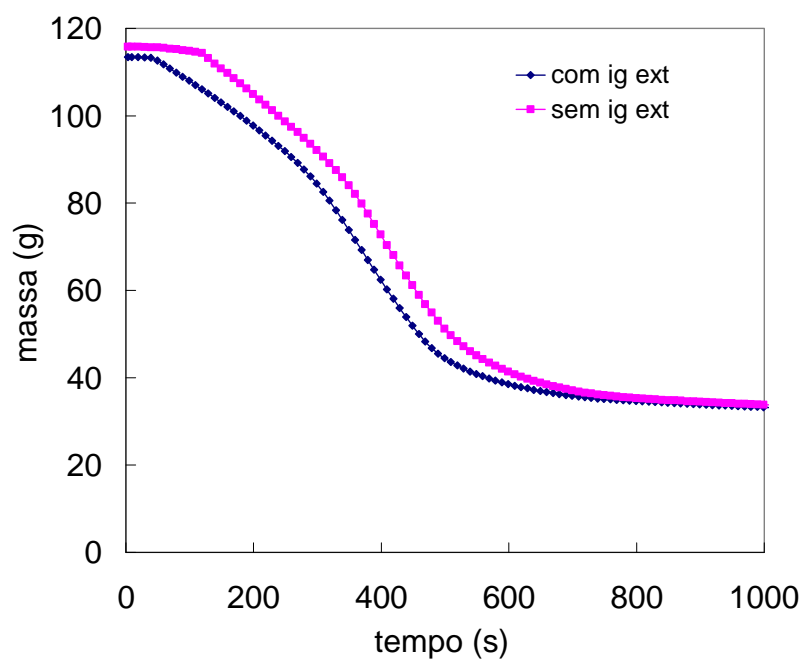


Figura G.70 - Evolução de massa durante a combustão do *PTDT*, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

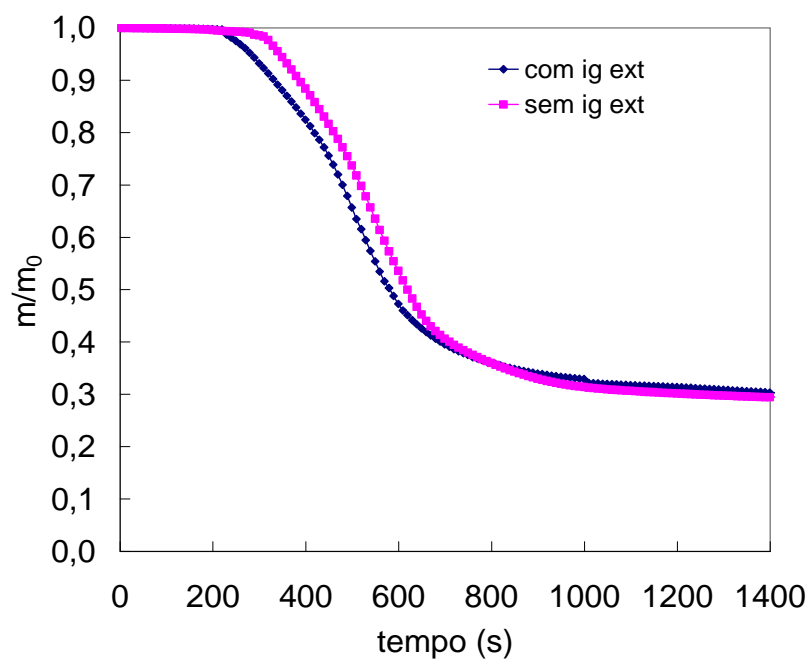


Figura G.71 - Evolução de massa normalizada durante a combustão do *PTDT*, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

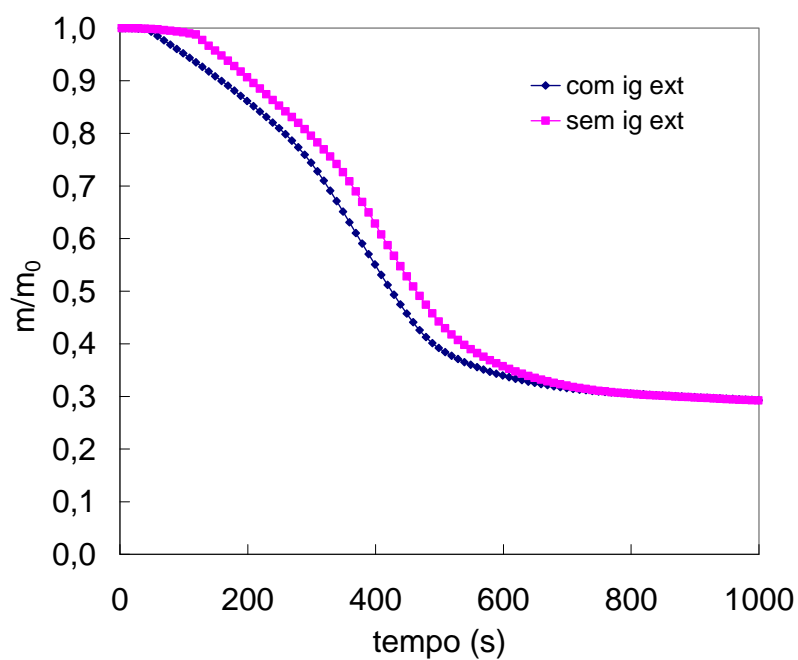


Figura G.72 - Evolução de massa normalizada durante a combustão do *PTDT*, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

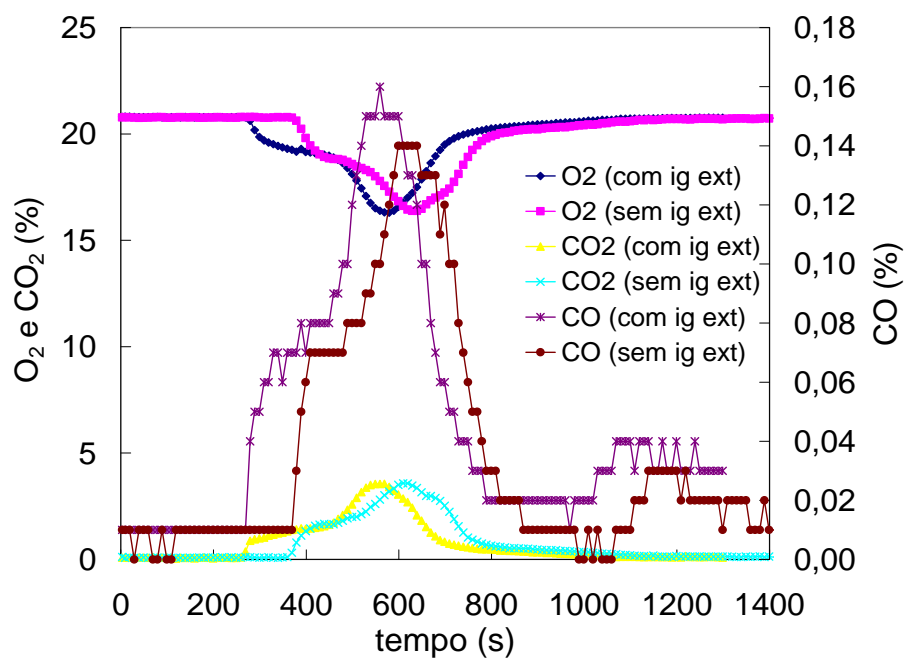


Figura G.73 - Frações molares de  $O_2$ ,  $CO_2$  e  $CO$  durante a combustão do *PTDT*, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

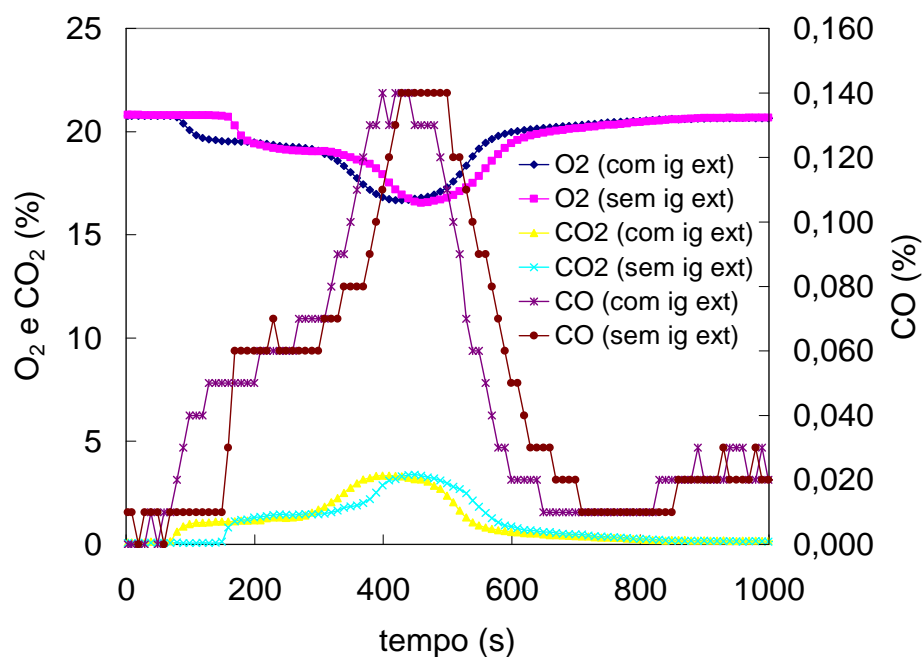


Figura G.74 - Frações molares de  $O_2$ ,  $CO_2$  e  $CO$  durante a combustão do PTDT, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

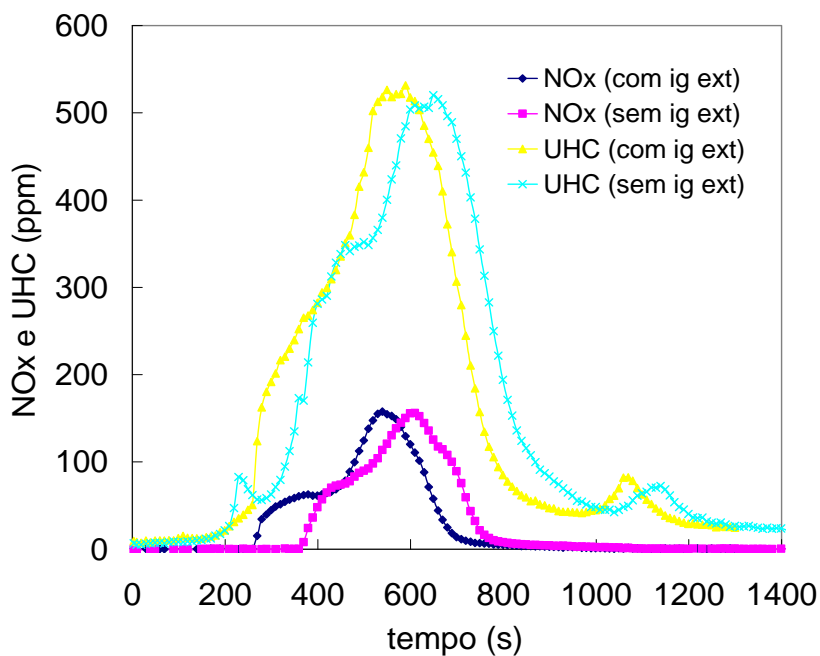


Figura G.75 - Frações molares de  $UHC$  e  $NO_x$  durante a combustão do PTDT, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

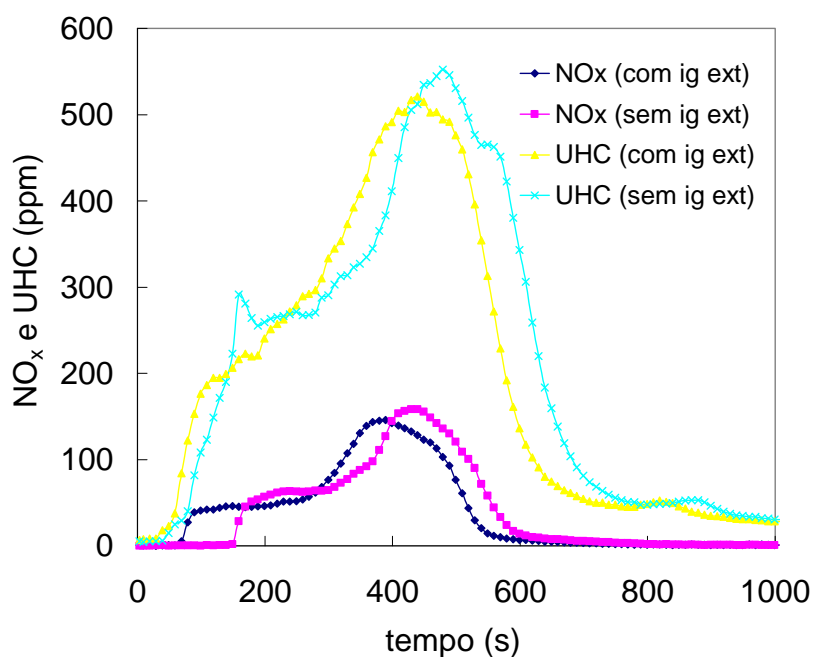


Figura G.76 - Frações molares de  $UHC$  e  $NO_x$  durante a combustão do  $LHNA\ 02$ , com potência de aquecimento de  $2100\ W$ , com e sem ignição externa.

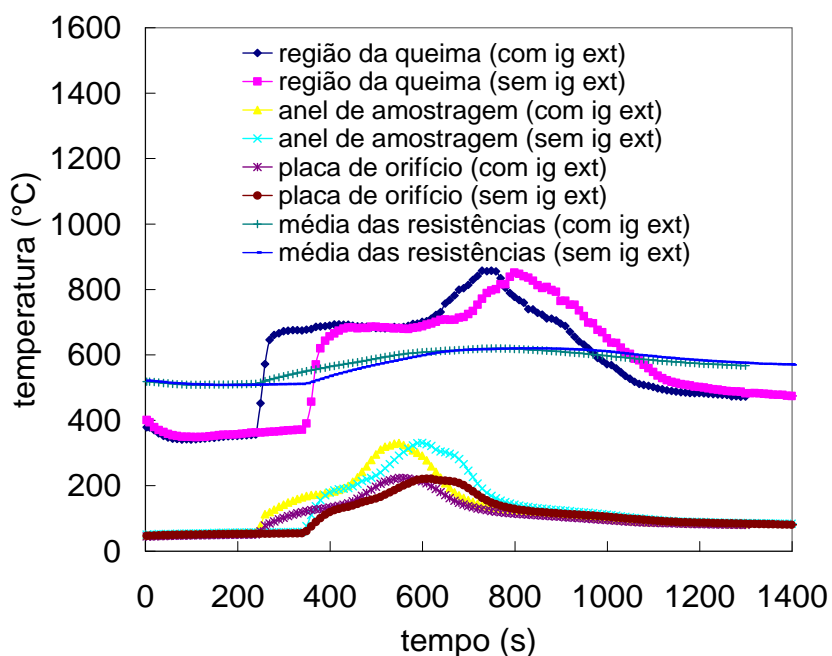


Figura G.77 - Temperaturas durante a combustão do  $PTDT$ , com potência de aquecimento de  $1500\ W$ , com e sem ignição externa.

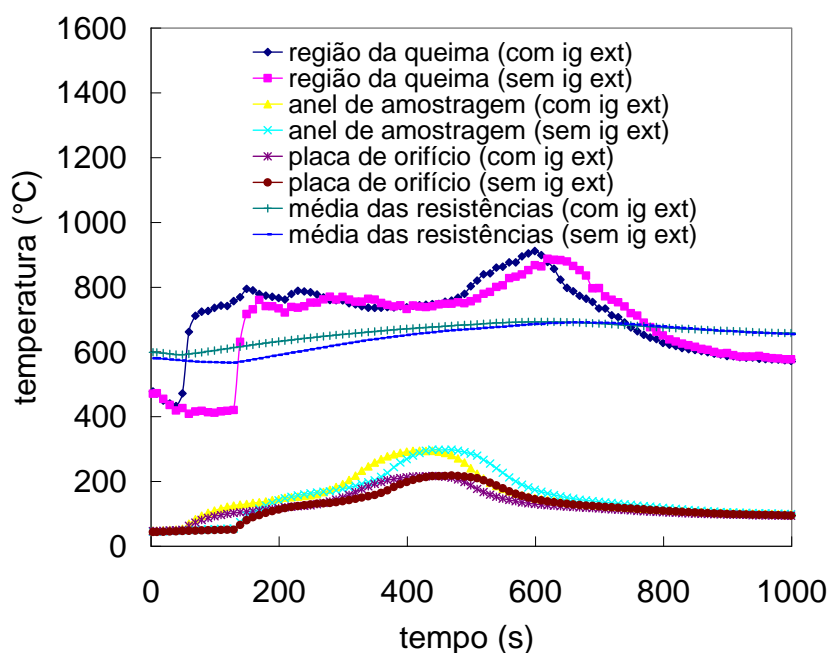


Figura G.78 - Temperaturas durante a combustão do *PTDT*, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

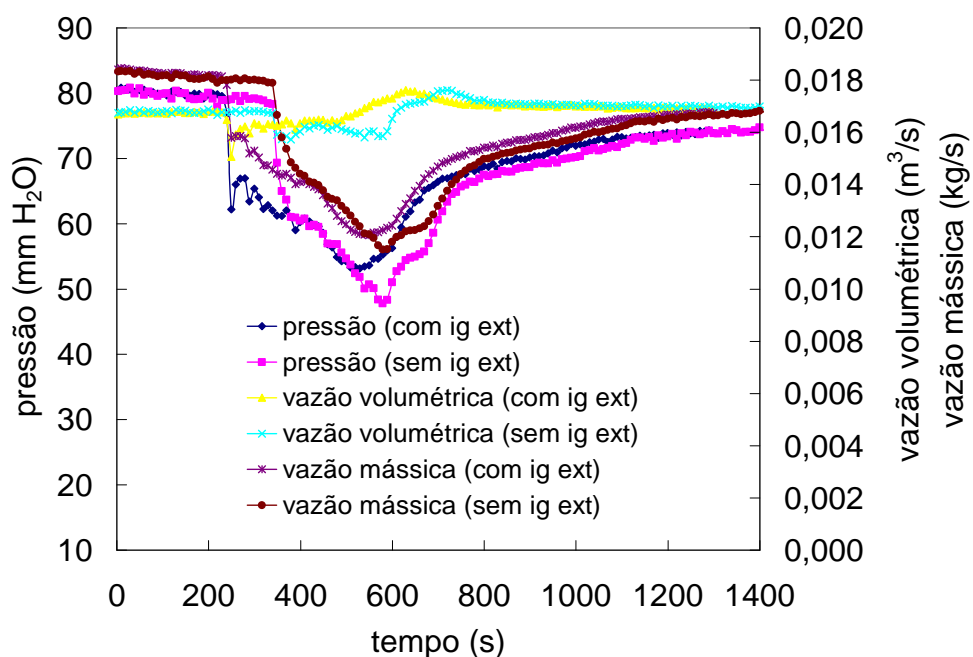


Figura G.79 - Pressão, vazão volumétrica e vazão mássica durante a combustão do *PTDT*, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

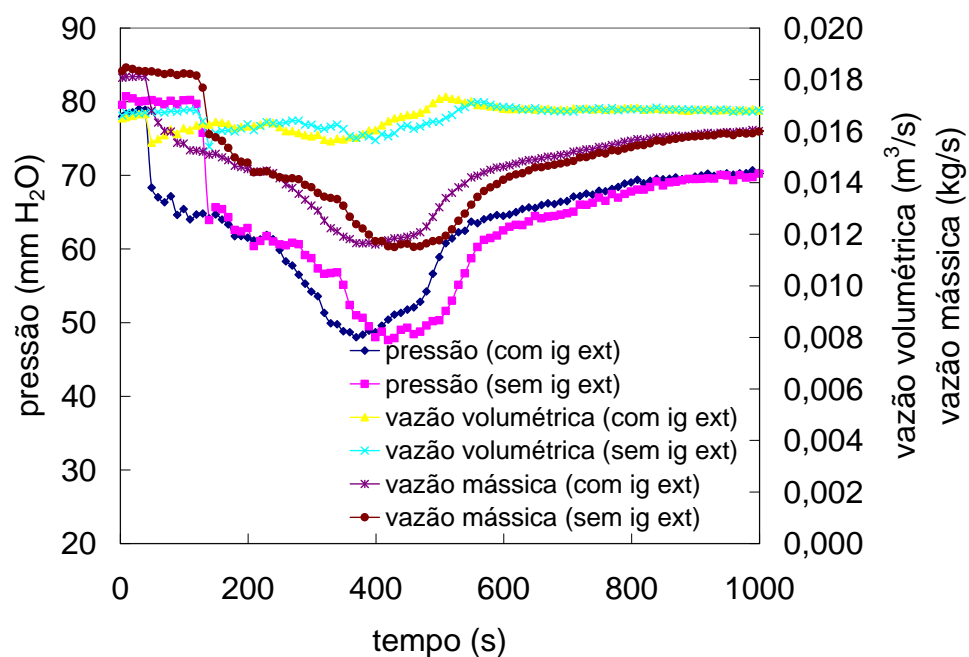


Figura G.80 - Pressão, vazão volumétrica e vazão mássica durante a combustão do *PTDT*, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

**G.6 Resultados experimentais das características de inflamabilidade do *PTDT/S-AM*, com potências de aquecimento de 1500 W e 2100 W, com e sem ignição externa**

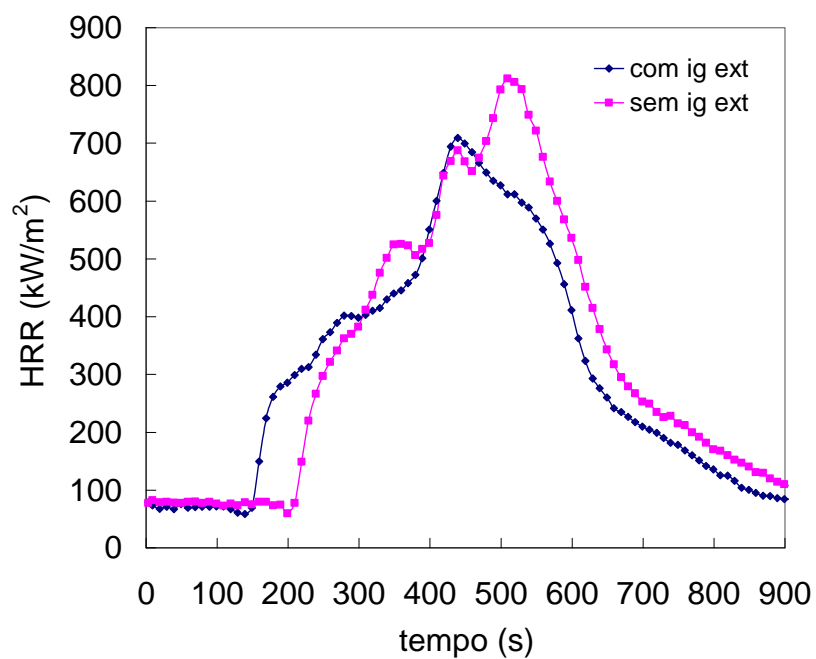


Figura G.81 - Taxa de liberação de calor, *HRR*, durante a combustão do *PTDT/S-AM*, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.



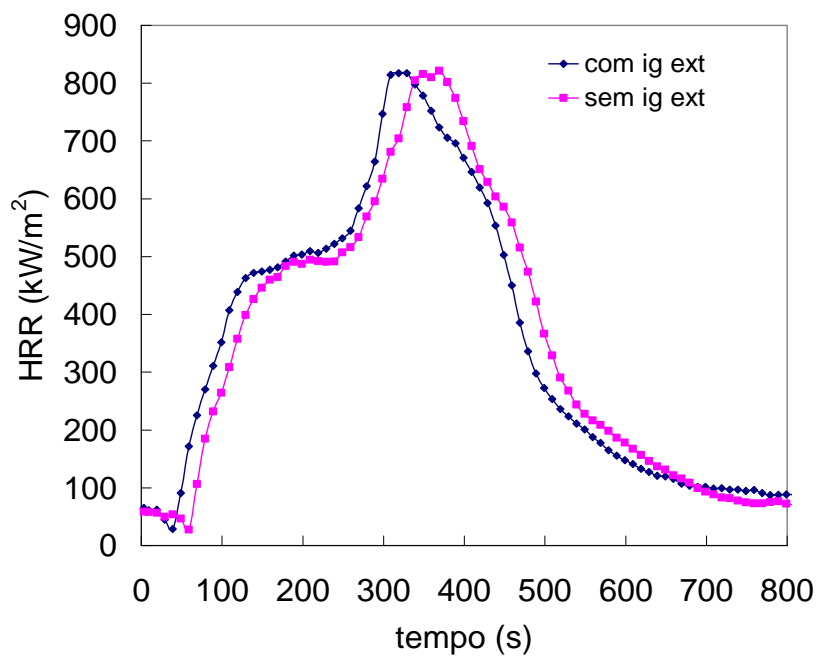


Figura G.82 - Taxa de liberação de calor,  $HRR$ , durante a combustão do *PTDT/S-AM*, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

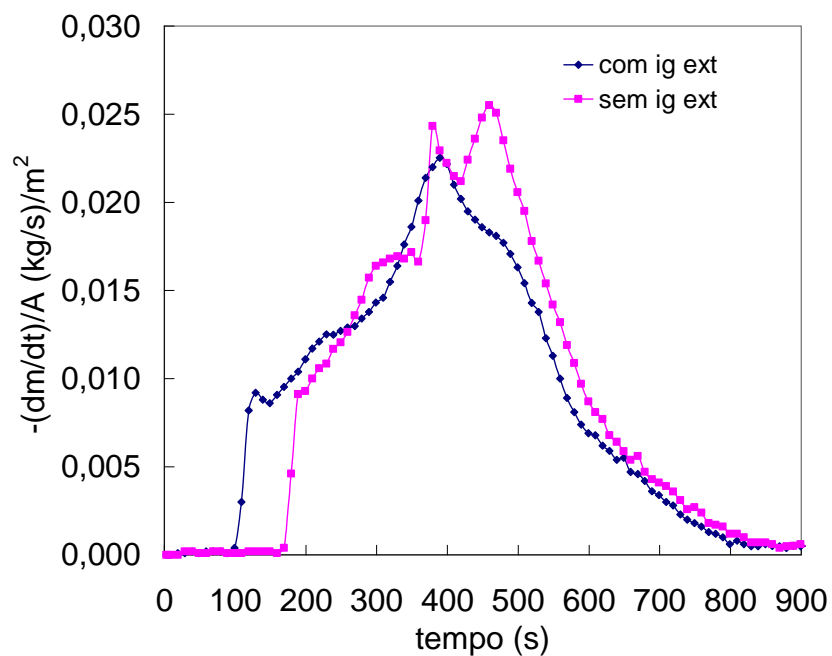


Figura G.83 - Taxa de consumo de massa durante a combustão do *PTDT/S-AM*, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

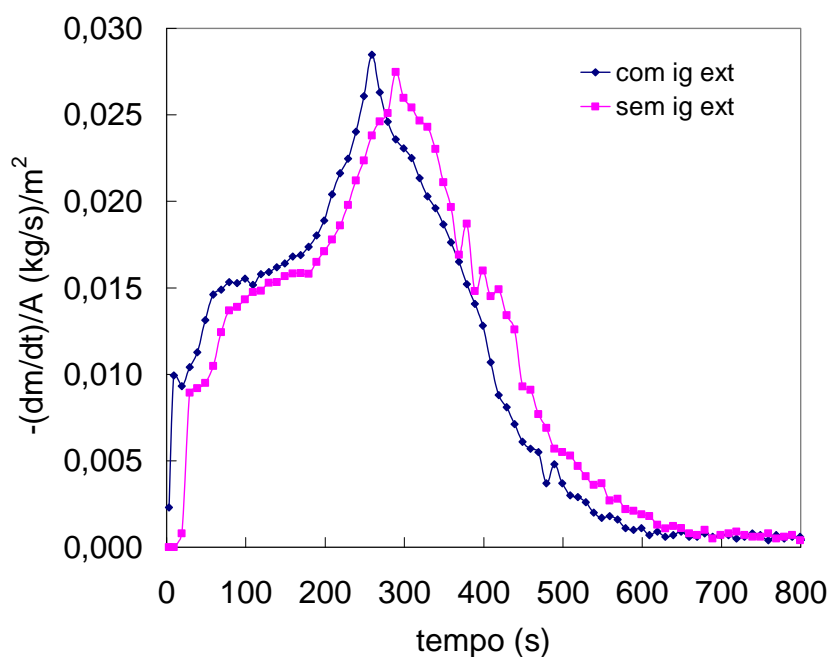


Figura G.84 - Taxa de consumo de massa durante a combustão do *PTDT/S-AM*, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

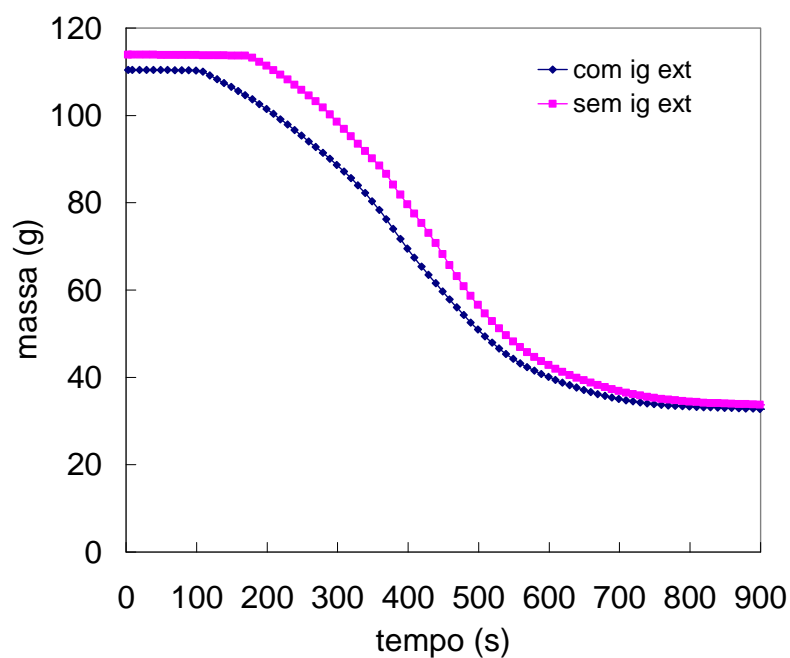


Figura G.85 - Evolução de massa durante a combustão do *PTDT/S-AM*, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

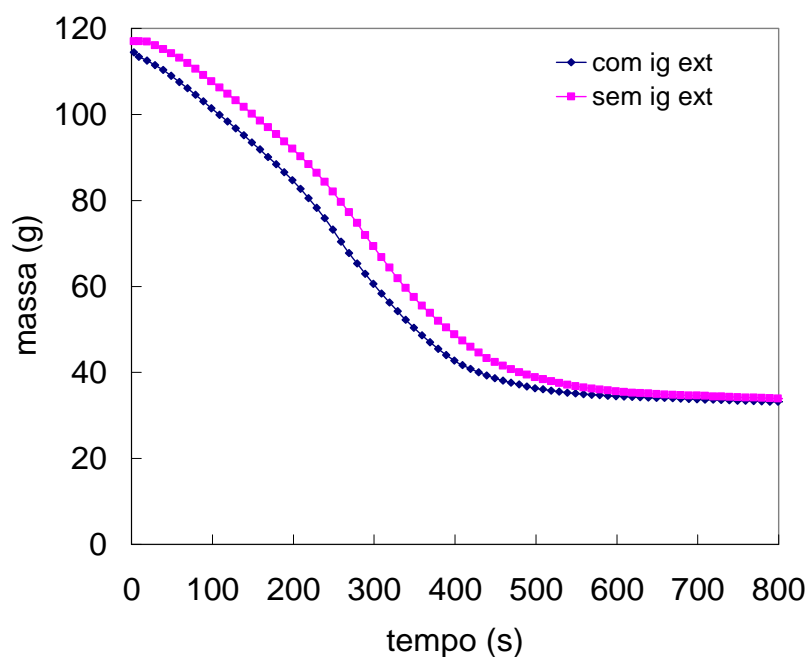


Figura G.86 - Evolução de massa durante a combustão do *PTDT/S-AM*, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

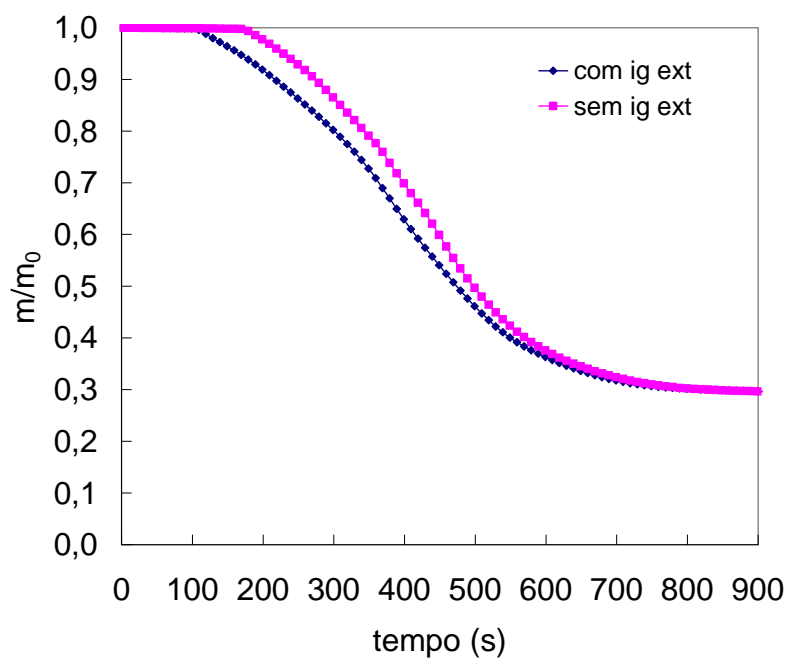


Figura G.87 - Evolução de massa normalizada durante a combustão do *PTDT/S-AM*, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

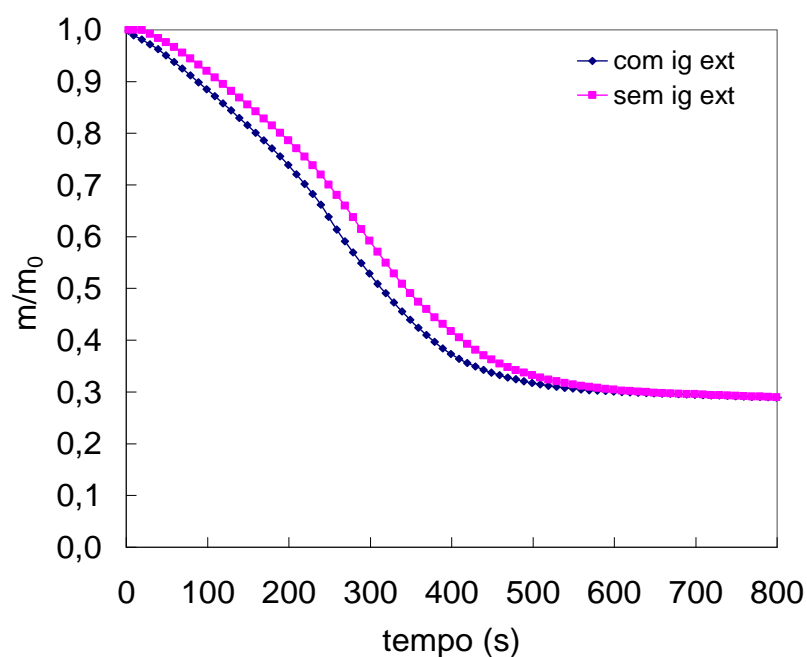


Figura G.88 - Evolução de massa normalizada durante a combustão do *PTDT/S-AM*, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

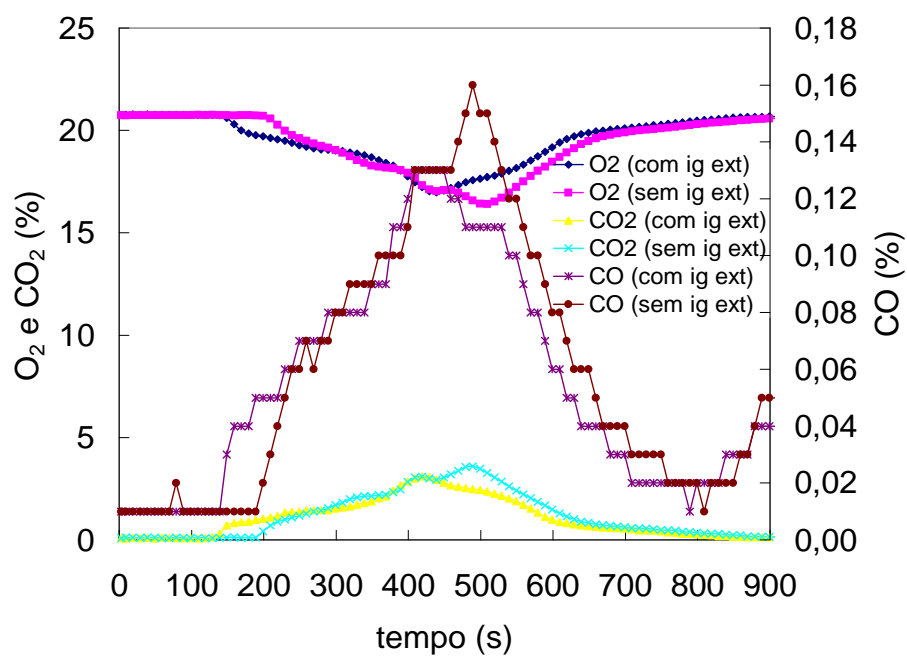


Figura G.89 - Frações molares de  $O_2$ ,  $CO_2$  e  $CO$  durante a combustão do *PTDT/S-AM*, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

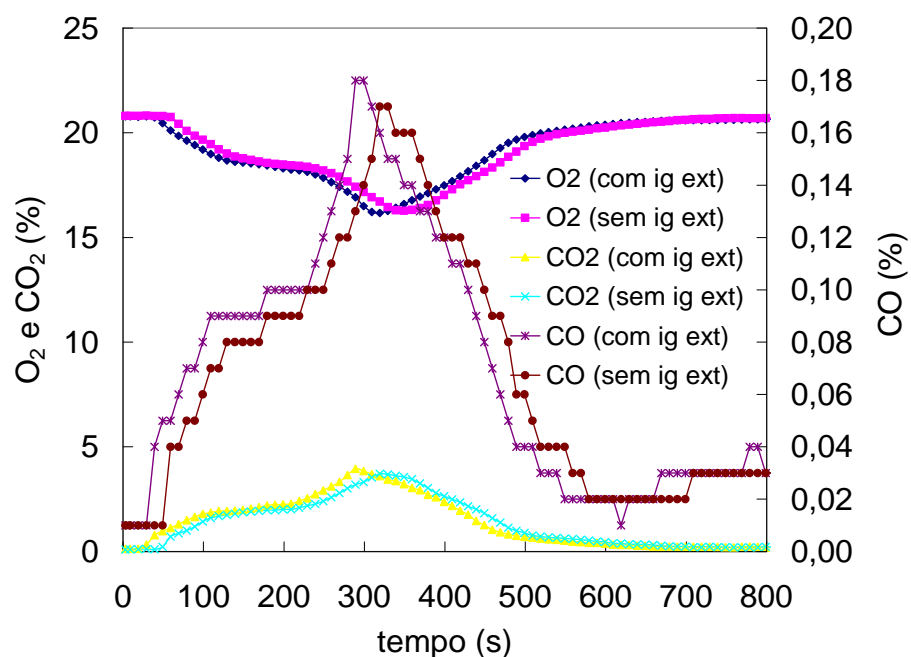


Figura G.90 - Frações molares de  $O_2$ ,  $CO_2$  e  $CO$  durante a combustão do PTDT/S-AM, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

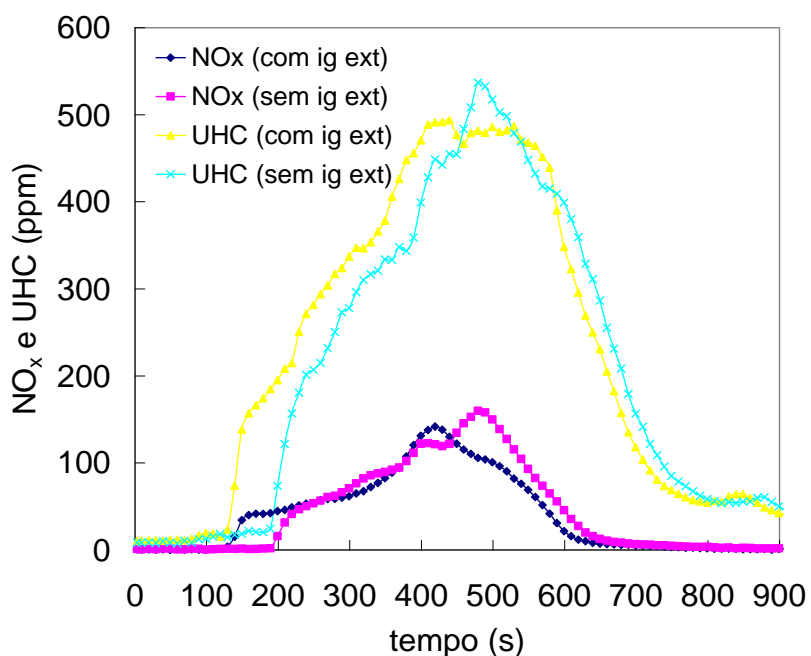


Figura G.91 - Frações molares de  $UHC$  e  $NO_x$  durante a combustão do PTDT/S-AM, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

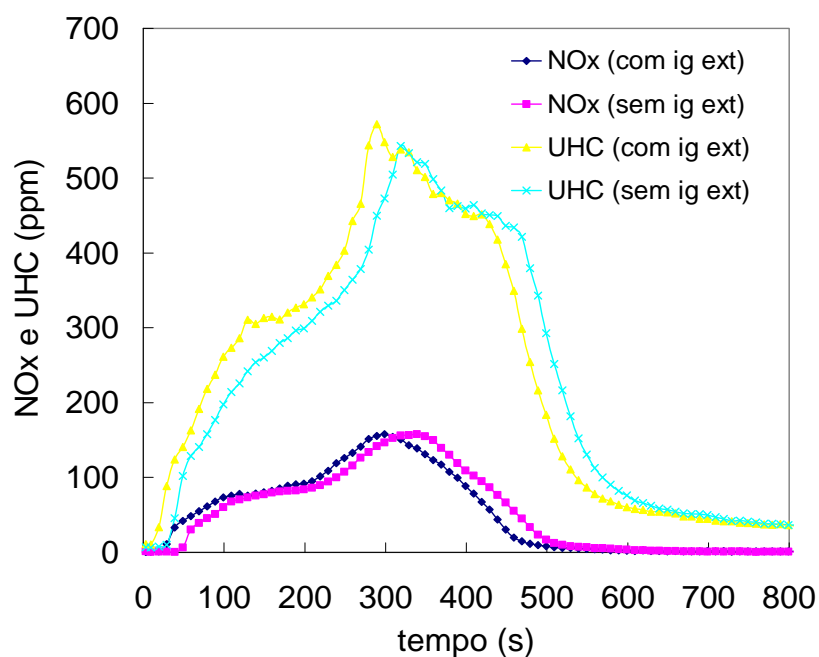


Figura G.92 - Frações molares de  $\text{UHC}$  e  $\text{NO}_x$  durante a combustão do *PTDT/S-AM*, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

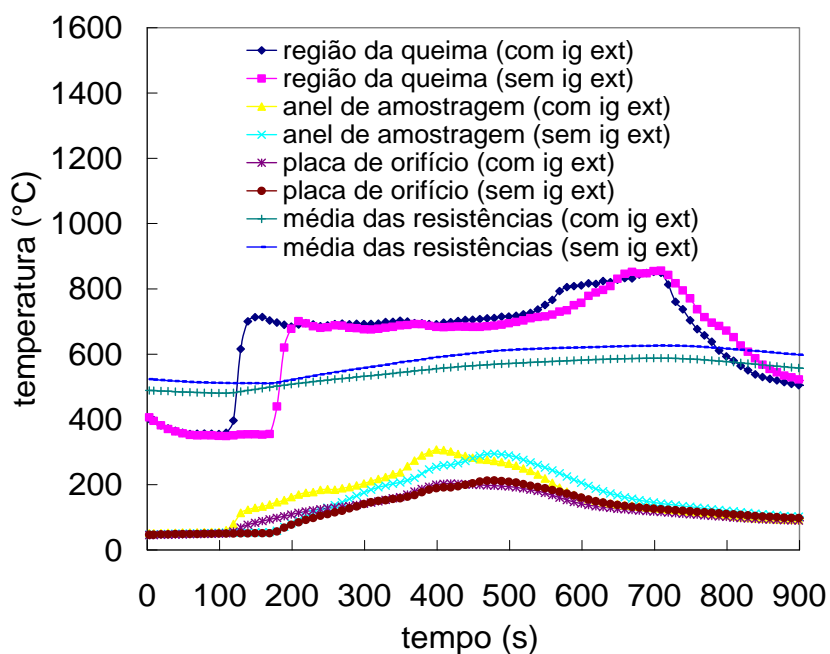


Figura G.93 - Temperaturas durante a combustão do *PTDT/S-AM*, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

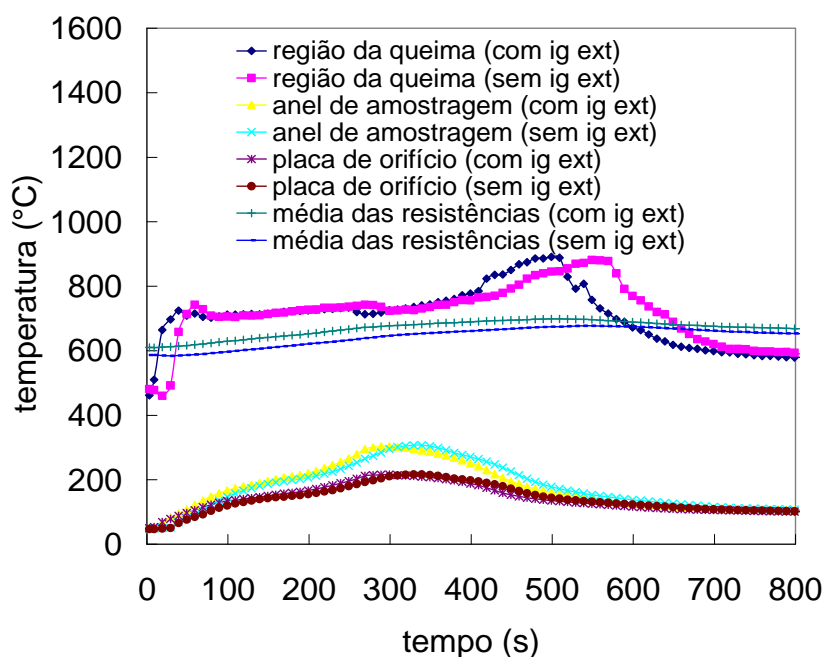


Figura G.94 - Temperaturas durante a combustão do *PTDT/S-AM*, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.

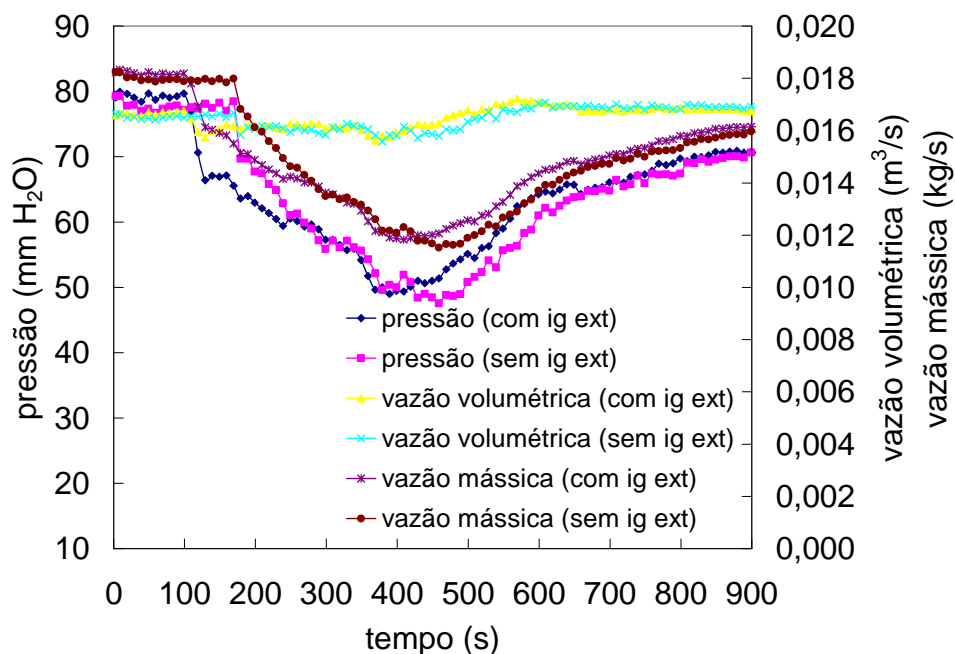


Figura G.95 - Pressão, vazão volumétrica e vazão mássica durante a combustão do *PTDT/S-AM*, com potência de aquecimento de 1500 W, com e sem ignição externa.

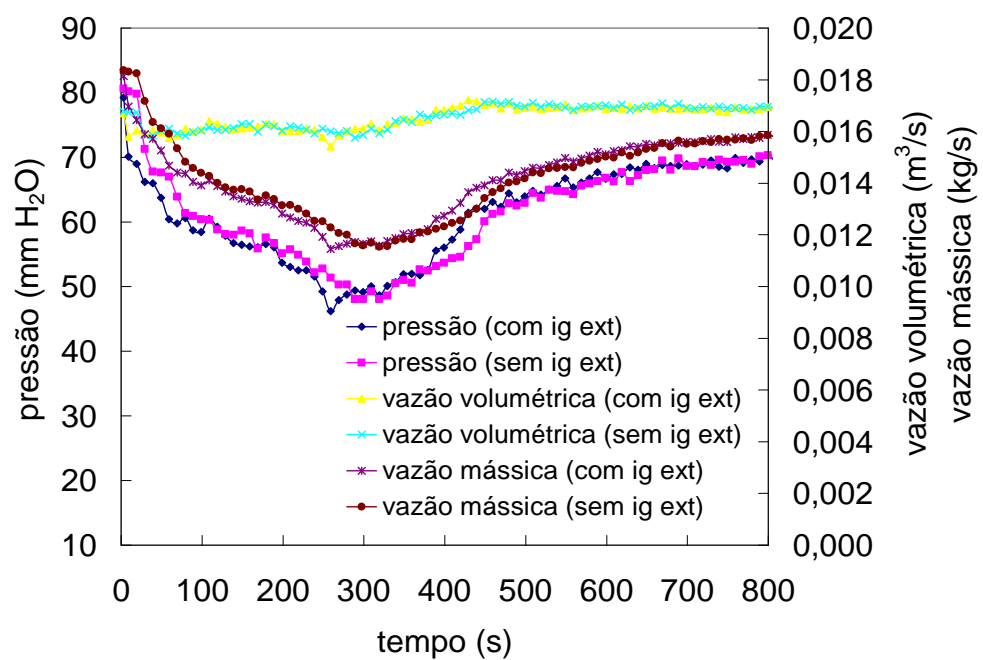


Figura G.96 - Pressão, vazão volumétrica e vazão mássica no durante a combustão do *PTDT/S-AM*, com potência de aquecimento de 2100 W, com e sem ignição externa.



## ANEXO A - CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DA BALANÇA



### CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO

NR: BA-100323002 / 2010

Contratante: Ministério da Ciência e Tecnologia  
Endereço: Rod. Presid. Dutra, KM-40 - Cachoeira Paulista - SP

Solicitante: ☐ mesmo

#### DADOS DO EQUIPAMENTO

Tipo:	Balança Semi-Analítica	Marca:	Gehaka
Modelo:	BG 4000	Classe:	2
Nº de Série:	.00040310001007	Carga Mínima:	0,50 g
Identificação:		Carga Máxima:	4040,00 g
Faixa (g)	Valor de Divisão (g)		
0 - 4.040	0,01		

#### INFORMAÇÕES COMPLEMENTARES

Técnico Executor:	Adailton Carvalho Sampaio	Umidade Relativa do Ar:	48,9 %
Temperatura Ambiente:	27,2 °C	Data de Emissão:	23/03/10
Data da Calibração:	23/03/10		
Local da Calibração:	Laboratório Gehaka		
Método de Calibração:	5 (cinco) Séries de Pesagem de Pesos-Padrão		

#### RASTREABILIDADE DOS PADRÕES

Identificação	Descrição	Certificado	Laboratório	Calibração	Validade
2	Conj. de Pesos-Padrão	M-30541/10	KN	19/01/10	19/01/12
3	Conj. de Pesos-Padrão	M-30544/10	KN	19/01/10	19/01/12
TH2	Termohigrometro	LV29311/09	VISOMES	29/09/09	29/09/11

FM-027 Rev: 06  
FL: 1/2

Av. Duquesa de Goiás, 235  
05686-900 São Paulo SP  
www.gehaka.com.br

Fone: 11 2165.1100  
Fax: 11 3758.0727  
vendas@gehaka.com.br



## CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO

NR: BA-100323002 / 2010

TESTES DE EXCENTRICIDADE		Carga (g): 1500,00	
Posição	Antes do Ajuste	Depois do Ajuste	
A	0,00	0,00	
B	0,00	0,00	
C	0,00	0,00	
D	0,01	0,01	
E	-0,01	-0,01	

### RESULTADOS OBTIDOS

V. N. ( g )	V. M. M. ( g )	C ( g )	Incerteza Expandida U ( g )	k
5,00	5,00	0,00	0,01	2,01
200,00	200,00	0,00	0,01	2,01
1000,00	1000,00	0,00	0,01	2,05
2000,00	2000,01	0,00	0,01	2,01
4000,00	4000,00	0,01	0,02	2,01

### Observações

V. N. : Valor Nominal

V.M.M. Valor Médio da Medição

C: Correção - é a diferença entre o valor médio da medição (V.M.M.) e o valor verdadeiro convencional do padrão utilizado.

U: Incerteza Expandida

k: Fator de Abrangência

A incerteza expandida (U) relatada é baseada em uma incerteza padrão combinada, multiplicada por um fator de abrangência (k) para um nível de confiança de aproximadamente 95%. A incerteza padrão de medição foi determinada de acordo com a Terceira Edição Brasileira do Guia para a Expressão da Incerteza de Medição.

Este certificado é válido exclusivamente para o objeto calibrado, descrito nas condições especificadas, não sendo extensivo a quaisquer outros lotes similares.

O certificado de calibração só pode ser reproduzido completamente. Reprodução de partes requer aprovação por escrito do laboratório.

Esta calibração não isenta o instrumento do controle metrológico estabelecido na regulamentação metrológica.

Procedimento Calibração de Balanças PR-5.4 Rev: 5.

Adailton Carvalho Sampaio  
Responsável Técnico

FM-027 Rev: 6

FL:2/2

Av. Duquesa de Goiás, 235  
05686-900 São Paulo SP  
www.gehaka.com.br

Fone: 11 2165.1100  
Fax: 11 3758.0727  
vendas@gehaka.com.br

## ANEXO B - CERTIFICADOS DE CALIBRAÇÃO DOS TERMOPARES

### B.1 Certificados de calibração dos termopares da resistência do calorímetro.



**Laboratório de calibração acreditado pela  
Cgcre / Inmetro de acordo com a  
ABNT NBR ISO/IEC 17025, sob o Nº 139.**

Calibração  
NBR ISO/IEC  
17025



CAL 0139

**CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO Nº 41872 / 2010** Página 1 de 1

**CLIENTE:** FERNANDO DE SOUZA COSTA.  
**ENDEREÇO:** RODOVIA PRESIDENTE DUTRA - CACHOEIRO PAULISTA - SP.  
**SOLICITANTE:** SALVI CASAGRANDE MEDIÇÃO E AUTOMATIZAÇÃO LTDA.

**Descrição do Objeto** Termopar isolamento mineral tipo K.  
**Fabricante** Salcas **Identificação** N°/S 213079  
**Dimensões do Sensor** Ø 3mm x 75mm **Acessórios** N/A  
**Documento interno do Laboratório:** PED. 29521/10 - F.C. 565 / 2010.

**1- Procedimento de Calibração:**  
A calibração foi realizada pelo método da comparação contra sensor de temperatura padrão, utilizando um meio térmico homogêneo, segundo o procedimento POT-001/ Rev. 00.

**2- Condições Ambientais:**  
Temperatura Ambiente 23 ± 5°C Umidade Relativa 35 A 75% UR

**3- Padrões Utilizados**  
- Termorresistência PT-100, identificação TRT-04, certificado RBC/INMETRO N° CR-7100/09, válido até 9/2010.  
- Multímetro Digital HP 3457A, identificação EME-02, certificado RBC/INMETRO N° 88146-101, válido até 7/2010.  
- Termopar de Platina Tipo S, identificação TPR-01, certificado RBC/INMETRO N° CR-7099/09, válido até 12/2010.

**4- Notas:**  
- A Incerteza expandida de medição relatada é declarada como a incerteza padrão da medição multiplicada pelo fator de abrangência k=2, que para distribuição normal corresponde a uma probabilidade de abrangência de aproximadamente 95%. A incerteza padrão de medição foi determinada de acordo com a publicação EA-4/02.  
- Pontos de Temperatura baseados na Escala Internacional de Temperatura de 1990 (ITS-90).  
- ASTM E 230 - Standard Temperature-Electromotive Force (EMF) Tables for Standardized Thermocouples.  
- ASTM E 563 - Standard Practice for Preparation and Use of Freezing Point Reference Baths.  
- ASTM E 220 - Standard Test Method for Calibration of Thermocouples By Comparison Techniques  
- EA-4/02 Janeiro de 1999 - Expressão da Incerteza de Medição na Calibração.  
- Este certificado atende aos requisitos de acreditação pela Cgcre/Inmetro que avaliou a competência do laboratório e comprovou sua rastreabilidade a padrões nacionais de medida (ou ao Sistema Internacional de Unidades - SI).  
- O presente certificado refere-se exclusivamente ao material calibrado. O certificado não deve ser parcialmente reproduzido.

**5- Resultados da Calibração**

Profundidade de Imersão ( mm )*	Valor Verdadeiro Convencional ( °C )	Média das Medições do Objeto ( mV )	Tendência do Objeto ( mV )	Tendência do Objeto ( °C )	Incerteza de Medição ± ( °C )
50	50,07	2,0029	-0,0233	-0,6	0,2
50	500,23	20,7165	0,0626	1,5	1,4
50	1000,30	41,3013	0,0139	0,4	1,4

Os resultados acima apresentados referem-se a uma média de 4 medições subseqüentes.  
Fator k de abrangência (95,45%) = 2,00

Data da Calibração 14/05/10 Data de Emissão 18/05/10

Aprovado por:   
Engº Robson F. Santos  
Gerente Técnico do Laboratório

**Laboratório de Termometria SALCAS**  
Salcas Indústria e Comércio LTDA  
Rua Marilândia, 265 - Vila Primavera - São Paulo - SP  
CEP. 02802-070 - Tel. 11 3977 7838 - Fax. 11 3998 7535  
E-mail. lab@salcas.com.br - CNPJ - 59.224.956/0001-10

Os resultados apresentados no presente Documento têm significação restrita somente à amostra ensaiada.  
A reprodução do Documento para outros fins só poderá ser feita integralmente sem nenhuma alteração.





Laboratório de calibração acreditado pela  
Cgcre / Inmetro de acordo com a  
ABNT NBR ISO/IEC 17025, sob o N° 139.



CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO N° 41873 / 2010

Página 1 de 1

CLIENTE: FERNANDO DE SOUZA COSTA.  
ENDEREÇO: RODOVIA PRESIDENTE DUTRA - CACHOEIRO PAULISTA - SP.  
SOLICITANTE: SALVI CASAGRANDE MEDIÇÃO E AUTOMATIZAÇÃO LTDA.

Descrição do Objeto Termopar isolamento mineral tipo K.  
Fabricante Salcas Identificação N°/S 213080  
Dimensões do Sensor Ø 3mm x 75mm Acessórios N/A  
Documento interno do Laboratório: PED.29521/10 - F.C. 565 / 2010.

1- Procedimento de Calibração:

A calibração foi realizada pelo método da comparação contra sensor de temperatura padrão, utilizando um meio térmico homogêneo, segundo o procedimento POT-001/ Rev. 00.

2- Condições Ambientais:

Temperatura Ambiente  $23 \pm 5^{\circ}\text{C}$  Umidade Relativa 35 A 75% UR

3- Padrões Utilizados

- Termorresistência PT-100, identificação TRT-04, certificado RBC/INMETRO N° CR-7100/09, válido até 9/2010.
- Multímetro Digital HP 3457A, identificação EME-02, certificado RBC/INMETRO N° 88146-101, válido até 7/2010.

4- Notas:

- A Incerteza expandida de medição relatada é declarada como a incerteza padrão da medição multiplicada pelo fator de abrangência  $k=2$ , que para distribuição normal corresponde a uma probabilidade de abrangência de aproximadamente 95%. A incerteza padrão de medição foi determinada de acordo com a publicação EA-4/02.
- Pontos de Temperatura baseados na Escala Internacional de Temperatura de 1990 (ITS-90).
- ASTM E 230 - Standard Temperature-Electromotive Force (EMF) Tables for Standardized Thermocouples.
- ASTM E 563 - Standard Practice for Preparation and Use of Freezing Point Reference Baths.
- ASTM E 220 - Standard Test Method for Calibration of Thermocouples By Comparison Techniques
- EA-4/02 Janeiro de 1999 - Expressão da Incerteza de Medição na Calibração.
- Este certificado atende aos requisitos de acreditação pela Cgcre/Inmetro que avaliou a competência do laboratório e comprovou sua rastreabilidade a padrões nacionais de medida (ou ao Sistema Internacional de Unidades - SI).
- O presente certificado refere-se exclusivamente ao material calibrado. O certificado não deve ser parcialmente reproduzido.

5- Resultados da Calibração

Profundidade de Imersão ( mm )	Valor Verdadeiro Convencional ( °C )	Média das Medições do Objeto ( mV )	Tendência do Objeto ( mV )	Tendência do Objeto ( °C )	Incerteza de Medição ± ( °C )
50	50,11	2,0031	-0,0245	-0,6	0,2
50	500,19	20,7185	0,0660	1,5	1,4
50	1000,19	41,3135	0,0304	0,8	1,4

Os resultados acima apresentados referem-se a uma média de 4 medições subsequentes.

Fator k de abrangência (95,45%) = 2,00

Data da Calibração 14/05/10

Data de Emissão 18/05/10

Aprovado por:

Eng° Robson F. Santos  
Gerente Técnico do Laboratório

Os resultados apresentados no presente Documento têm significação restrita somente à amostra ensaiada.  
A reprodução do Documento para outros fins só poderá ser feita integralmente sem nenhuma alteração.

Laboratório de Termometria SALCAS  
Salcas Indústria e Comércio LTDA  
Rua Marilândia, 265 - Vila Primavera - São Paulo - SP  
CEP: 02802-070 - Tel. 11 3977 7838 - Fax. 11 3998 7535  
E-mail: lab@salcas.com.br - CNPJ - 59.224.956/0001-10



Laboratório de calibração acreditado pela  
Cgcre / Inmetro de acordo com a  
ABNT NBR ISO/IEC 17025, sob o N° 139.



# CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO Nº 41874 / 2010

Página 1 de 1

CLIENTE: FERNANDO DE SOUZA COSTA.  
ENDEREÇO: RODOVIA PRESIDENTE DUTRA - CACHOEIRO PAULISTA - SP.  
SOLICITANTE: SALVI CASAGRANDE MEDIÇÃO E AUTOMATIZAÇÃO LTDA.

Descrição do Objeto Termopar Isolação mineral tipo K.  
Fabricante Salcas Identificação N°/S 213081  
Dimensões do Sensor Ø 3mm x 75mm Acessórios N/A  
Documento interno do Laboratório: PED.29521/10 - F.C. 565 / 2010.

## 1- Procedimento de Calibração:

A calibração foi realizada pelo método da comparação contra sensor de temperatura padrão, utilizando um meio térmico homogêneo, segundo o procedimento POT-001/ Rev. 00.

## 2- Condições Ambientais:

Temperatura Ambiente 23 ± 5°C Umidade Relativa 35 A 75% UR

## 3- Padrões Utilizados

- Termorresistência PT-100, identificação TRT-04, certificado RBC/INMETRO N° CR-7100/09, válido até 9/2010.
- Multimetro Digital HP 3457A, identificação EME-02, certificado RBC/INMETRO N° B8146-101, válido até 7/2010.

## 4- Notas:

- A Incerteza expandida de medição relatada é declarada como a incerteza padrão da medição multiplicada pelo fator de abrangência k=2, que para distribuição normal corresponde a uma probabilidade de abrangência de aproximadamente 95%. A incerteza padrão de medição foi determinada de acordo com a publicação EA-4/02.
- Pontos de Temperatura baseados na Escala Internacional de Temperatura de 1990 (ITS-90).
- ASTM E 230 - Standard Temperature-Electromotive Force (EMF) Tables for Standardized Thermocouples.
- ASTM E 563 - Standard Practice for Preparation and Use of Freezing Point Reference Baths.
- ASTM E 220 - Standard Test Method for Calibration of Thermocouples By Comparison Techniques
- EA-4/02 Janeiro de 1999 - Expressão da Incerteza de Medição na Calibração.
- Este certificado atende aos requisitos de acreditação pela Cgcre/Inmetro que avaliou a competência do laboratório e comprovou sua rastreabilidade a padrões nacionais de medida (ou ao Sistema Internacional de Unidades - SI).
- O presente certificado refere-se exclusivamente ao material calibrado. O certificado não deve ser parcialmente reproduzido.

## 5- Resultados da Calibração

Profundidade de Imersão ( mm )	Valor Verdadeiro Convencional ( °C )	Média das Medições do Objeto ( mV )	Tendência do Objeto ( mV )	Tendência do Objeto ( °C )	Incerteza de Medição ± ( °C )
50	50,09	2,0058	-0,0210	-0,5	0,2
50	500,24	20,7137	0,0594	1,4	1,4
50	1000,18	41,2917	0,0090	0,2	1,4

Os resultados acima apresentados referem-se a uma média de 4 medições subsequentes.

Fator k de abrangência (95,45%) = 2,00

Data da Calibração

14/05/10

Data de Emissão

18/05/10

Aprovado por:


Engº Robson F. Santos  
Gerente Técnico do Laboratório

Laboratório de Termometria SALCAS  
Salcas Indústria e Comércio LTDA  
Rua Marilândia, 265 - Vila Primavera - São Paulo - SP  
CEP. 02802-070 - Tel. 11 3977 7838 - Fax. 11 3998 7535  
E-mail. lab@salcas.com.br - CNPJ - 59.224.956/0001-10

Os resultados apresentados no presente Documento têm significação restrita somente à amostra ensaiada.  
A reprodução do Documento para outros fins só poderá ser feita integralmente sem nenhuma alteração.




B.2 Certificado de calibração do termopar localizado no centro da base do calorímetro.



Laboratório de calibração acreditado pela  
Cgcre / Inmetro de acordo com a  
ABNT NBR ISO/IEC 17025, sob o Nº 139.

Calibração  
NBR ISO/IEC  
17025



CAL 0139

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO Nº 36540 / 2009

Página 1 de 1

CLIENTE: FERNANDO DE SOUZA COSTA.  
ENDEREÇO: RODOVIA PRESIDENTE DUTRA, CACHOEIRA PAULISTA - SP  
SOLICITANTE: SALVI CASAGRANDE MEDIÇÃO E AUTOMATIZAÇÃO LTDA.

Descrição do Objeto: Termopar isolamento mineral tipo K.  
Fabricante: Salcas Identificação: Nº/5 181610  
Dimensões do Sensor: Ø 3mm x 120mm Acessórios: N/A  
Documento interno do Laboratório: PED. 21178/09 - F.C. 1030 / 09.

1- Procedimento de Calibração:  
A calibração foi realizada pelo método da comparação contra sensor de temperatura padrão, utilizando um meio térmico homogêneo, segundo o procedimento POT-001/ Rev. 00.

2- Condições Ambientais:  
Temperatura Ambiente: 23 ± 5°C Umidade Relativa: 35 A 75% UR

3- Padrões Utilizados  
- Termorresistência PT 100, identificação TPT-11, certificado RBC/INMETRO Nº CR-2703/09, válido até 4/2010.  
- Multímetro Digital HP 34401A, identificação EME-01, certificado RBC/INMETRO Nº 96500-101, válido até 8/2010.  
- Termopar de Platina Tipo S, identificação TPT-02, certificado RBC/INMETRO Nº CR-0488/08, válido até 1/2010.

4- Notas:  
- A incerteza expandida de medição relatada é declarada como a incerteza padrão da medição multiplicada pelo fator de abrangência k=2, que para distribuição normal corresponde a uma probabilidade de abrangência de aproximadamente 95%. A incerteza padrão de medição foi determinada de acordo com a publicação EA-4/02.  
- Pontos de Temperatura baseados na Escala Internacional de Temperatura de 1990 (ITS-90).  
- ASTM E 230 - Standard Temperature-Electromotive Force (EMF) Tables for Standardized Thermocouples.  
- ASTM E 563 - Standard Practice for Preparation and Use of Freezing Point Reference Baths.  
- ASTM E 220 - Standard Test Method for Calibration of Thermocouples By Comparison Techniques.  
- EA-4/02 Janeiro de 1999 - Expressão da Incerteza de Medição na Calibração.  
- Este certificado atende aos requisitos de acreditação pela Cgcre/Inmetro que avaliou a competência do laboratório e comprovou sua rastreabilidade a padrões nacionais de medida (ou ao Sistema Internacional de Unidades - SI).  
- O presente certificado refere-se exclusivamente ao material calibrado. O certificado não deve ser parcialmente reproduzido.

5- Resultados da Calibração

Profundidade de Imersão ( mm )	Valor Verdadeiro Convencional ( °C )	Média das Medições do Objeto ( mV )	Tendência do Objeto ( mV )	Tendência do Objeto ( °C )	Incerteza de Medição ± ( °C )
100	20,0	0,7637	-0,0330	-0,8	0,2
100	50,1	1,9569	-0,0710	-1,7	0,2
100	100,6	4,1019	-0,0178	-0,4	0,2
100	150,2	6,1275	-0,0179	-0,4	0,2
100	200,4	8,1793	0,0254	0,6	0,2
100	300,3	12,2075	-0,0139	-0,3	0,2
100	400,5	16,3878	-0,0303	-0,7	0,2
100	500,2	20,8540	0,2018	4,7	1,3
100	600,0	25,0975	0,1913	4,5	1,3
100	700,2	29,2275	0,0910	2,2	1,3
100	799,8	33,5080	0,2416	5,9	1,3
100	900,6	37,4740	0,1221	3,1	1,4
100	999,8	41,3870	0,1209	3,1	1,3
100	1099,9	45,1655	0,0495	1,3	1,3

Os resultados acima apresentados referem-se a uma média de 4 medições subsequentes.  
Fator k de abrangência (95,45%) = 2,00

Data da Calibração: 08/10/09 Data de Emissão: 08/10/09

Aprovado por: Engº Roberto S. Santos  
Gerente Técnico do Laboratório

Laboratório SALCAS  
Salcas Indústria e Comércio LTDA  
Rua Marilandia, 265 - Vila Primavera - São Paulo - SP  
CEP. 02802-070 - Tel. 11 3977 7838 - Fax. 11 3998 7535  
E-mail: lab@salcas.com.br - CNPJ - 59.224.956/0001-10

## ANEXO C - CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DO MULTÍMETRO

MODELO: ET-2082	NOMENCLATURA: DIGITAL MULTIMETER	FOLHA 1/3
NUM. SÉRIE:	FABRICANTE: MINIPA	OT CAL:
FAIXA DO EQUIPAMENTO	PRECISÃO	MÉDIA - AMBIENTE: 24°C / 50%UR
CLIENTE: INPE	DATA-CAL: 18/02/2011	PRÓXIMA CAL:

### PADRÃO UTILIZADO

PN	Nº SÉRIE	PROX CAL	CERT. Nº
5500A	7740014	01/09/2011	ME/328/10

FUNÇÃO CALIBRADA	LEITURA DO PADRÃO	LEITURA DO INSTRUMENTO		ERRO %	
VAC	0 V/60Hz/400Hz	-	-	-	-
	10 V/60Hz/400Hz	008	007	20,0	30,0
	20 V/60Hz/400Hz	018	017	10,0	15,0
	30 V/60Hz/400Hz	029	027	3,3	10,0
	40 V/60Hz/400Hz	039	037	2,5	7,5
	50 V/60Hz/400Hz	049	047	2,0	6,0
	60 V/60Hz/400Hz	059	057	1,66	5,0
	70V/60Hz/400Hz	069	067	1,42	4,28
	80 V/60Hz/400Hz	078	076	2,5	5,0
	90 V/60Hz/400Hz	088	086	2,2	4,44
	100 V/60Hz/400Hz	098	096	2,0	4,0
	110 V/60Hz/400Hz	108	106	1,8	3,63
	120 V/60Hz/400Hz	118	116	1,6	3,33
	130 V/60Hz/400Hz	128	126	1,53	3,07
	140 V/60Hz/400Hz	138	136	1,42	2,85
	150 V/60Hz/400Hz	148	146	1,33	2,66
	160 V/60Hz/400Hz	158	156	1,25	2,5
	170 V/60Hz/400Hz	168	166	1,17	2,35
	180 V/60Hz/400Hz	178	176	1,11	2,22
	190 V/60Hz/400Hz	188	186	1,05	2,10
	200 V/60Hz/400Hz	198	196	1,0	2,0
	210 V/60Hz/400Hz	208	206	0,95	1,9
	220 V/60Hz/400Hz	218	216	0,9	1,8
	230 V/60Hz/400Hz	228	226	0,86	1,73
	240 V/60Hz/400Hz	238	236	0,83	1,66
	250 V/60Hz/400Hz	248	246	0,8	1,6
	260 V/60Hz/400Hz	258	257	0,76	1,15
	270 V/60Hz/400Hz	268	267	0,7	1,11
	280 V/60Hz/400Hz	278	277	0,7	1,07
	290 V/60Hz/400Hz	288	286	0,68	1,37
	300 V/60Hz/400Hz	298	296	1,0	1,33
	310 V/60Hz/400Hz	308	306	0,64	1,29
	320 V/60Hz/400Hz	318	316	0,62	1,25
	330 V/60Hz/400Hz	328	326	0,60	1,21
	340 V/60Hz/400Hz	338	336	0,58	1,17
	350 V/60Hz/400Hz	348	344	0,57	1,14
	360 V/60Hz/400Hz	358	357	0,55	0,83
	370 V/60Hz/400Hz	368	367	0,54	0,81
	380 V/60Hz/400Hz	378	376	0,52	1,05
	390 V/60Hz/400Hz	388	386	0,51	1,02
	400 V/60Hz/400Hz	398	397	0,5	0,75

	410 V/60Hz/400Hz	409	407	0,24	0,73
	420 V/60Hz/400Hz	419	417	0,23	0,71
	430 V/60Hz/400Hz	429	427	0,23	0,69
	440 V/60Hz/400Hz	439	437	0,22	0,68
	450 V/60Hz/400Hz	449	447	0,22	0,66
	460 V/60Hz/400Hz	458	457	0,43	0,65
	470 V/60Hz/400Hz	468	467	0,42	0,63
	480 V/60Hz/400Hz	478	477	0,41	0,62
	490 V/60Hz/400Hz	488	487	0,40	0,61
	500 V/60Hz/400Hz	498	497	0,40	0,60
	510 V/60Hz/400Hz	508	507	0,39	0,58
	520 V/60Hz/400Hz	518	517	0,38	0,57
	530 V/60Hz/400Hz	529	527	0,18	0,56
	540 V/60Hz/400Hz	539	537	0,18	0,55
	550 V/60Hz/400Hz	549	547	0,18	0,54
	560 V/60Hz/400Hz	559	557	0,17	0,53
	570 V/60Hz/400Hz	569	567	0,17	0,52
	580 V/60Hz/400Hz	579	577	0,17	0,51
	590 V/60Hz/400Hz	588	587	0,33	0,5
	600 V/60Hz/400Hz	600	597	0,00	0,5

FUNÇÃO CALIBRADA	LEITURA DO PADRÃO	LEITURA DO INSTRUMENTO	ERRO %
OHM	0 $\Omega$	00,1	
	1 $\Omega$	01,1	10,0
	2 $\Omega$	02,1	5,0
	3 $\Omega$	03,1	3,3
	4 $\Omega$	04,1	2,5
	5 $\Omega$	05,1	2,0
	6 $\Omega$	06,1	1,6
	7 $\Omega$	07,1	1,4
	8 $\Omega$	08,1	1,25
	9 $\Omega$	09,1	1,1
	10 $\Omega$	10,1	1,0
	11 $\Omega$	11,1	0,9
	12 $\Omega$	12,1	0,8
	13 $\Omega$	13,1	0,7
	14 $\Omega$	14,1	0,7
	15 $\Omega$	15,1	0,66
	16 $\Omega$	16,1	0,62
	17 $\Omega$	17,1	0,58
	18 $\Omega$	18,1	0,55
	19 $\Omega$	19,1	0,52
	20 $\Omega$	20,1	0,5
	21 $\Omega$	21,1	0,47
	22 $\Omega$	22,1	0,45
	23 $\Omega$	23,1	0,43
	24 $\Omega$	24,1	0,41
	25 $\Omega$	25,1	0,40
	26 $\Omega$	26,1	0,38
	27 $\Omega$	27,1	0,37
	28 $\Omega$	28,1	0,35



	29Ω	29,1	0,34
	30Ω	30,1	0,33
	31Ω	31,1	0,32
	32Ω	32,1	0,31
	33Ω	33,1	0,3
	34Ω	34,1	0,29
	35Ω	35,1	0,28
	36Ω	36,1	0,27
	37Ω	37,1	0,27
	38Ω	38,1	0,26
	39Ω	39,1	0,25
	40Ω	40,1	0,25
	41Ω	41,1	0,24
	42Ω	42,1	0,23
	43Ω	43,1	0,23
	44Ω	44,1	0,22
	45Ω	45,1	0,22
	46Ω	46,1	0,21
	47Ω	47,1	0,21
	48Ω	48,1	0,20
	49Ω	49,1	0,20
	50Ω	50,1	0,20

  
Técnico Responsável - Duarte



## ANEXO D - RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO DO ANEMÔMETRO

COMANDO DA AERONÁUTICA  
COMANDO-GERAL DE TECNOLOGIA AEROESPACIAL

Relatório de ensaio de  
verificação de anemômetro

RE ALA 066/10 O



INSTITUTO DE AERONÁUTICA E ESPAÇO

DOCUMENTAÇÃO TÉCNICA

Praça Marechal Eduardo Gomes, 50 - Vila das Acácias  
CEP.: 12228-904 - São José dos Campos - SP - BRASIL  
Telefone (12) 3947-6555 e FAX (12) 3941-2333



COMANDO DA AERONÁUTICA  
INSTITUTO DE AERONÁUTICA E ESPAÇO  
DIVISÃO DE AERODINÂMICA



## Relatório de ensaio de verificação de anemômetro

RE ALA 066/10 O

**18 / 10 / 10**

Data

Página 1 de 4

### *Solicitante do Serviço*

Nome : Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE)  
Endereço : Rodovia Presidente Dutra km 40 - Cachoeira Paulista - SP  
Telefone : ( 12 ) 3186-9246 – Ten. Cel. Gemaque - cel.: ( 12 ) 8123-0181

### *Identificação do Item*

Item de Calibração: Anemômetro Portátil  
Fabricante: Lutron  
MOD: AM-4201  
N.º de série: L287696  
Faixa de medição: 0 a 30 m/s  
Resolução:  $\pm 0,1$  m/s

### *Informações Administrativas*

Ordem de Serviço: OS-021-2010  
Número do Pedido: PIS 127/IAE/AQI/10  
Data da Calibração: 13/10/2010  
Laboratório Responsável: Túnel Aerodinâmico N° 3 – TA3

Túnel Aerodinâmico N° 3 - TA-3 – IAE/ALA  
Praça Marechal Eduardo Gomes n° 50, Vila das Acácias, São José dos Campos , SP, C.P. 6001, CEP.:12228-903  
Reclamações/Sugestões: Tel.: (0xx12) 3947-6493 – Fax: (0xx12) 3947-6505

## Relatório de ensaio de verificação de anemômetro

RE ALA 066/10 O  
Número do Relatório  
Página 2 de 4

### *Informações pertinentes ao ensaio*

O anemômetro foi posicionado no centro da seção de teste de 0,65 m x 0,97 m.

A velocidade de referência foi medida utilizando-se um tubo de Pitot da Airflow Development e um transdutor diferencial de pressão Ashcroft modelo XLdp 2,5" H<sub>2</sub>O, calibrados pelo laboratório interno LBP utilizando-se como padrão de referência uma balança de peso morto DH 22000 calibrada pelo INMETRO – DIMCI 1992-2008.

A calibração foi realizada utilizando-se velocidades de vento crescentes e decrescentes, na faixa de 4 a 16 m/s, conforme recomendação da norma MEASNET

Valores de temperatura e umidade relativa foram obtidos utilizando-se medidor Vaisala modelo HMW70YCB - certificado de calibração – LIT09-LIT00-CC0381, emitido pelo INPE.

Para aquisição de dados e controle do túnel foi utilizada uma placa ATMIO-64F-5.

Para obtenção da pressão atmosférica foi utilizado um Manômetro digital Testo tipo 525AOJ30000

Nr. 0560 5273 712, Ser. No. 1052992, Mod 03D.

Pressão atmosférica média durante a calibração: 94,439 Kpa.

Umidade relativa média: 56,67 %.

Temperatura média: 21,49 °C.

### *Procedimento / Método de Ensaio*

O ensaio foi realizado de acordo com o procedimento descrito na PL ALA TA3 07 - PROCEDIMENTO PARA ENSAIO DE VERIFICACAO DE ANEMÔMETROS NO TA-3.

### *Coefficientes da Regressão*

Coefficiente angular (Inclinação): 0,9030

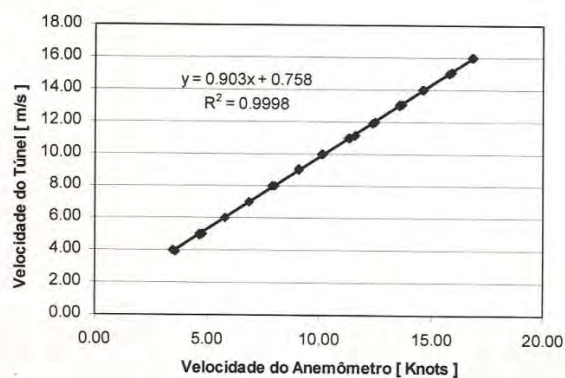
Coefficiente Linear (Interceptação): 0,75796

Coefficiente de Correlação: 0,99990

Desvio da Regressão: 0,053 m/s

Túnel Aerodinâmico Nº 3 - TA-3 – IAE/ALA  
Praça Marechal Eduardo Gomes nº 50, Vila das Acácias, São José dos Campos, SP, C.P. 6001, CEP.:12228-903  
Reclamações/Sugestões: Tel.: (0xx12) 3947-6493 – Fax: (0xx12) 3947-6505



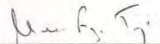



**Valores Lidos**

1ª Leitura		2ª Leitura		3ª Leitura	
Velocidade Anemômetro [ m/s ]	Velocidade Túnel [ m/s ]	Velocidade Anemômetro [ m/s ]	Velocidade Túnel [ m/s ]	Velocidade Anemômetro [ m/s ]	Velocidade Túnel [ m/s ]
3.50000	4.02885	3.60000	3.95225	3.60000	3.91536
5.80000	6.02290	5.80000	5.99236	5.80000	6.01591
7.90000	7.99448	8.00000	7.99179	8.00000	7.99613
10.20000	9.98729	10.10000	9.98728	10.20000	9.99295
12.40000	11.95227	12.40000	11.91330	12.50000	11.96553
14.70000	14.01681	14.60000	13.96366	14.70000	14.03686
16.90000	16.03825	16.80000	16.00717	16.90000	15.98143
15.80000	15.04162	15.90000	15.10361	15.90000	15.06671
13.60000	13.01328	13.60000	13.06536	13.70000	13.06348
11.40000	11.03990	11.30000	10.96241	11.60000	11.13627
9.10000	9.06363	9.10000	9.00099	9.10000	9.03624
6.90000	6.96212	6.90000	6.97219	6.90000	6.97416
4.70000	4.93710	4.80000	5.02846	4.70000	4.99951

Túnel Aerodinâmico Nº 3 - TA-3 - IAE/ALA  
Praça Marechal Eduardo Gomes nº 50, Vila das Acácias, São José dos Campos, SP, C.P. 6001, CEP.:12228-903  
Reclamações/Sugestões: Tel.: (0xx12) 3947-6493 – Fax: (0xx12) 3947-6505

*Responsáveis Técnicos*

  
Cláudio Fogaça Truys, tecnologista  
Executor (es)

  
Ana Cristina Avelar B. de Jesus, Pesquisadora, Eng. Mec.  
Chefe do Túnel Aerodinâmico Nº 3 – TA-3  
Matsuo Chisaki - Tecnol. Sr.  
Chefe da ALA-5





## ANEXO E - CERTIFICADO DE QUALIDADE DO POLIETILENO DE ALTA DENSIDADE

 <p><b>SteelVale</b> Com. de Aços e Metais Ltda.</p>			
<p>Certificamos para os devidos fins, que o nosso produto <b>POLIETILENO</b> (PEAD) produzido nas formas de barras, chapas e tarugos e enviados a <b>FERNANDO SOUZA COSTA</b> através da <b>NF. 61260</b> atingem seus valores médios conforme as normas estabelecidas para cada uma das mesmas.</p>			
PROPRIEDADES	NORMA DIN/ASTM	UNIDADE	PEAD
<b>FÍSICAS</b>			
PESO ESPECÍFICO	DIN 53479	g/cm <sup>3</sup>	0,95
CALOR ESPECÍFICO	-	cal/°C.g	0,55
ABSORÇÃO DE ÁGUA	DIN 53479	%	<0,01
<b>MECÂNICA</b>			
RESIST. TRAÇÃO	DIN 53455	Mpa	24-31
ALONGAMENTO NA RUPTURA	DIN 53455	%	400 - 800
MÓDULO DE ELASTICIDADE TRAÇÃO	DIN 53457	Mpa	1000 - 1400
MÓDULO DE ELASTICIDADE FLEXÃO	DIN 53457	Mpa	1000 - 1400
RESISTENCIA AO IMPACTO IZOD	ASTM D256	J/m	110
DUREZA ROCKWELL	ASTM D785	-	R65
COEF. DE ATRITO DE DESLIZE p=0,05N/mm² v=0,6m/s contra aço, temp. e retif.	-	-	0,29
<b>TÉRMICAS</b>			
PONTO DE FUSÃO	-	°C	130
CONDUTIVIDADE TÉRMICA	DIN 52612	Wm.K	0,35-0,43
EXPANSÃO TÉRMICA LINEAR	DIN 52328	10 <sup>-5</sup> /K	-17
TEMPERATURA DE USO CONTÍNUO	--	°C	-10/80
RELAÇÃO DE INFLAMABILIDADE	UL 94	--	HB
<b>ELÉTRICA</b>			
RIGIDEZ DIELÉTRICA	DIN 53481	KV/mm	>50
CONSTANTE DIELÉTRICA ATÉ 1KHz	DIN 53483	--	2,3
FATOR DE DISSIPAÇÃO ATÉ 1KHz	DIN 53483	--	0,0002
RESISTIVIDADE VOLUMÉTRICA	DIN 53482	°C 50% RH(Ohm/cm)	10 <sup>15</sup>
<b>QUÍMICAS</b>			
RESIST. A ACIDOS FRACOS	D543	--	EXCELENTE
RESIST. A ACIDOS FORTES	D543	--	Atacadao po altas concentrações de ácidos oxidantes
RESIST. A BASES FRACAS	D543	--	EXCELENTE
RESIST. A BASES FORTES	D543	--	EXCELENTE
RESIST. A SOLVENTES ORGANICOS	D543	--	Resiste à vários solven-tes a temperaturas < 80°C
TARUGO DE PEAD NATURAL 150 X 500 MM			