

# EFICIÊNCIA DA PROTEÇÃO AO FOGO DE TINTAS INTUMESCENTES COM GRANULADO DE CORTIÇA

## FIRE PROTECTION EFFICIENCY OF INTUMESCENT COATINGS WITH GRANULATED CORK

Luís Mesquita<sup>1</sup>, Marco Teixeira<sup>2</sup>, Paulo Piloto<sup>3</sup>, Luísa Barreira<sup>4</sup>

<sup>1</sup> Departamento de Mecânica Aplicada, Instituto Politécnico de Bragança, Portugal

<sup>2</sup> Engenharia Mecânica, Instituto Politécnico de Bragança, Portugal

<sup>3</sup> Departamento de Mecânica Aplicada, Instituto Politécnico de Bragança

<sup>4</sup> Laboratório de Estruturas e Resistência dos Materiais, Instituto Politécnico de Bragança



### RESUMO

*Este trabalho apresenta um estudo experimental acerca da eficiência da proteção ao fogo de um material composto por uma emulsão de tinta intumescente com granulado de cortiça. A análise é realizada ao nível do comportamento à microescala, com teste TG e DSC, a temperaturas elevadas, e num calorímetro de perda de massa em placa de pequena dimensão, a temperaturas representativa de uma situação de incêndio. Os resultados permitem concluir que se obtém uma maior eficiência de proteção quando é utilizada uma granulometria inferior da cortiça e com uma fração mássica de cortiça de 5%.*

### ABSTRACT

*This paper presents an experimental study about the fire protection efficiency of a material produced of an emulsion of intumescent coating with granulated cork. The analysis is performed at the micro scale level, with TG and DSC tests at elevated temperatures, and in a mass loss calorimeter with protected steel plates, with temperatures representative of a fire scenario. The results indicate that an increased protection is obtained when the granular cork particle size is smaller and a cork mass fraction of 5% is used.*

## 1. INTRODUÇÃO

A diminuição da resistência do aço com a temperatura e a necessidade do cumprimento da legislação de segurança contra incêndios pode obrigar à aplicação de materiais de proteção contra incêndio, dos quais as tintas intumescentes são exemplo. Este material sofre uma série de reações químicas e físicas quando é exposto a temperaturas elevadas, originando um aumento de volume de maior resistência térmica, diminuindo o fluxo de calor transmitido ao aço.

A formulação das tintas intumescentes compreende vários ingredientes. No entanto, os componentes ativos são em geral comuns às várias tintas existentes no mercado: uma fonte de ácido, como o polifosfato de amónio (APP), agentes carboníferos, como o pentaeritritol (PER) e um composto espumífero ou expansor (Duquesne, S. *et al*, 2007; Mesquita, L. *et al*, 2010).

Considerando as propriedades únicas e intrínsecas da cortiça, nomeadamente a sua

resistência térmica e mecânica, tratando-se de um material natural, reciclável e renovável, sendo Portugal o maior produtor mundial (MESTRE, A.; GIL, L., 2011; Gíl, Luis, 2012), propõe-se a aplicação deste material como matéria-prima de um material de proteção ao fogo através da sua dispersão numa emulsão de tinta intumescente.

A utilização da cortiça como ingrediente na formulação, permite a sua contribuição como agente carbonífero e como agente expensor, devido aos gases libertados durante a sua decomposição térmica.

Este estudo passa pela caracterização à microescala dos dois materiais a temperaturas elevadas, nomeadamente através de testes de termogravimetria (TGA) e de calorimetria diferencial exploratória (DSC), verificando-se as sinergias existentes entre os mesmos. A eficiência do material de proteção é analisada através de testes realizados num calorímetro de perda de massa com uma análise paramétrica da: (i) influência do fluxo de calor por radiação, (ii) influência da granulometria da cortiça (0.18 e 0.25 [mm]) e do (iii) efeito do peso mássico percentual de granulado de cortiça no material de proteção.

## 2. MATERIAIS UTILIZADOS

O estudo apresentado é desenvolvido a partir de uma formulação de tinta intumescente existente no mercado (Interchar 1120, da empresa International Paints) e de granulado de cortiça fornecido pela Granorte®. Este granulado de cortiça, com uma granulometria entre 0,2-0,5 [mm] é obtido através de desperdícios da produção da rolha de cortiça e outros produtos.

A cortiça fornecida foi separada em diferentes granulometrias, com peneiras de abertura de malha igual a A=0,18, B=0,25, C=0,3, D=0,425, E=0,6 [mm], como apresentado na Fig. 1. Os resultados da análise granulométrica são apresentados na Fig. 2, em valor percentual da passagem acumulada de cada peneira.

A massa específica da tinta intumescente é de 1400 [kg/m<sup>3</sup>], e a da cortiça, embora varie com a granulometria da mesma, é aproximadamente igual a 76,8±1,44 [kg/m<sup>3</sup>]. Devido



Fig. 1 – Peneiras utilizadas na composição granulométrica da cortiça.

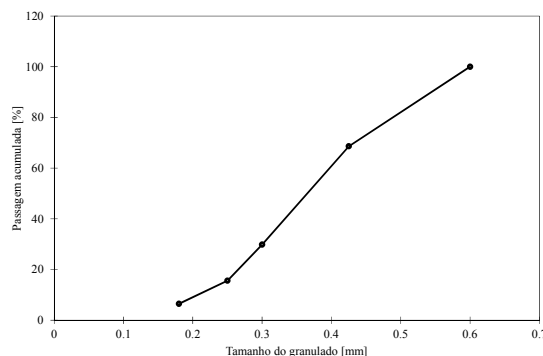


Fig. 2 – Análise granulométrica da cortiça.

à baixa densidade do granulado de cortiça, aos pesos mássicos da cortiça na amostra de 5% e 10%, correspondem frações volumétricas de 48,9% e de 66,98 %, respetivamente.

## 3. CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS À MICROESCALA E PEQUENA ESCALA

### 3.1 Testes de TG e DSC

O comportamento dos dois materiais (tinta intumescente e granulado de cortiça) foi estudado à microescala através do analisador termogravimétrico Netzsch TG209-F3 por calorimetria diferencial de varrimento (DSC) através do equipamento DSC204 F1.

Nos testes de termogravimetria as amostras de tinta intumescente, que variam entre uma massa inicial de 11,17 [mg] e 12,50 [mg], foram sujeitas a taxas de aquecimento constantes de 10, 15, 20 e 50 [°C/min], desde uma temperatura inicial de 20 [°C] até 900 [°C]. As amostras do granulado de

cortiça variam entre uma massa inicial de 4,22 [mg] e 4,74 [mg] e foram analisadas com as mesmas taxas de aquecimento. Foi utilizada uma atmosfera de nitrogénio com um caudal de 20 [ml/min].

Os testes DSC são frequentes no estudo e deteção de reações ou etapas de transição ou decomposição dos materiais, classificando assim os processos térmicos das reações como endotérmicos ou exotérmicos. Permite ainda determinar a entalpia de cada etapa de decomposição.

As amostras foram analisadas em ambiente de N<sub>2</sub> com um caudal de 20 [ml/min] e uma taxa de aquecimento de 10 [°C/min], desde a temperatura ambiente até 550 [°C].

### 3.2 Testes realizados em calorímetro de perda de massa

A reação dos materiais foi analisada sob a ação de temperaturas elevadas provenientes de um calorímetro de perda de massa. Este equipamento permite a especificação de um fluxo de calor radiante constante, previamente calibrado por um medidor de fluxo de calor, em função da especificação da temperatura da resistência elétrica. Nos testes apresentados foram seguidas as especificações da norma (ISO, 2002), considerando-se fluxos de calor de 35 [kW/m<sup>2</sup>] e 75 [kW/m<sup>2</sup>], aos quais correspondem as temperaturas na resistência de 769 [°C] e 970 [°C], respetivamente. Devi-

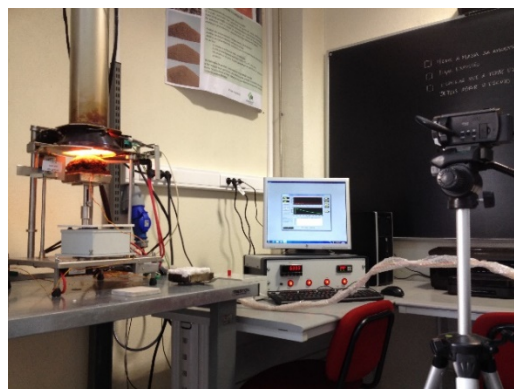


Fig. 3 – Calorímetro de perda de massa e setup experimental.

do à intumescência que ocorre durante o ensaio, as amostras são colocadas a uma distância de 60 [mm] da base do cone.

Adicionalmente, este equipamento encontrando-se equipado com uma chaminé de exaustão instrumentada com termopares que, após calibração com gás metano (>99,5%), permite a determinação da taxa de libertação de calor das amostras.

Os provetes são constituídos por placas de aço quadradas, 100 [mm], com espessuras entre 5 [mm] e 14 [mm], protegidas numa das faces com diferentes espessuras de proteção. A variação da temperatura do aço é medida através de um termopar, tipo K, soldado à superfície inferior da placa (não exposta), sobre uma manta de fibra cerâmica de baixa densidade e de baixa condutividade térmica.

A Tabela 1 apresenta a caracterização das

Tabela 1 - Caracterização das amostras ensaiadas no calorímetro de perda de massa.

Referência	qr [kW/m <sup>2</sup> ]	ds [mm]	Gran. de cortiça		m0 [g]	DFT [µm]	Maior dp	Menor dp	Desv Padrão	Temp [°C] (t=30 min.)
			Tipo	%						
T_IC_2	35	6			467.2	1260	1370	1150	63.2	272.25
T_IC_4	35	14			1123.5	1250	1420	1100	85.8	219.39
T_IC_10	75	6			485.6	1250	1340	1190	50.6	322.71
T_IC_11	75	8			631.9	1310	1470	1150	81.3	283.25
T_IC_12	75	14			1142	1242	1361	1121	77.1	245.65
T_IC_16	75	14			1152.8	1930	2190	1560	190	217.82
T_C_IC_1_A5	35	5	A	5	401.8	1030	1100	956	37.6	352.54
T_C_IC_2_A5	35	14	A	5	1134.7	1030	1100	936	45.4	271.90
T_C_IC_3_A5	75	5	A	5	403.6	1160	1440	858	178	465.43
T_C_IC_4_A5	75	14	A	5	1127.0	982	1050	802	69.8	327.73
T_C_IC_4_A10	75	14	A	10	1109.7	932	1267	634	190.1	427.97
T_C_IC_1_B5	35	5	B	5	383	1620	1750	1390	121	343.02
T_C_IC_4_B5	35	14	B	5	1126.2	1410	1570	1170	129	240.83
T_C_IC_7_B5	75	5	B	5	391.7	1360	1500	1180	89.2	482.61
T_C_IC_10_B5	75	14	B	5	1093.5	1394	1534	1216	109.6	309.62
T_C_IC_11_B10	75	14	B	10	1148.3	1530	1730	1370	110	420.78

amostras analisadas. É estudado o efeito da proteção só com a aplicação da tinta intumescente (amostras T\_IC\_i) para dois fluxos de calor radiante distintos ( $q_r$ ), para diferentes espessuras da placa de aço e da espessura seca de proteção (DFT). As restantes amostras (T\_C\_IC\_i) são relativas à adição da cortiça na base de tinta, com duas granulometrias distintas ( $A=0,18$  e  $B=0,25$ [mm]) e dois pesos percentuais da massa de cortiça na massa total da amostra (5% e 10%).

O processamento de imagem da gravação vídeo dos testes permite a obtenção da variação da intumescência ao longo da exposição térmica.

## 4 ANÁLISE DE RESULTADOS

### 4.1 Resultados dos testes de microescala

Os resultados dos testes TG e DSC encontram-se apresentados na Fig. 4 à Fig. 6. As curvas TG e DTG da tinta intumescente identificam uma decomposição térmica através de três etapas principais, num intervalo de temperatura entre os 250 e os 500 [°C]. Para uma taxa de aquecimento de 10 [°C/min] estas reações ocorrem a temperaturas de 241, 341 e 447 [°C]. Com o aumento da taxa de aquecimento, a temperatura de pico das etapas referidas sob ligeiramente devido ao efeito da carbonização do material. O valor da massa residual do material também varia com a taxa de aquecimento, resultando em valores compreendidos entre 30,9% e 39,9%.

No caso do comportamento da cortiça, a decomposição térmica é caracterizada por duas etapas predominantes, cujos valores de máximos de perda de massa ocorrem no intervalo de 291-319 [°C] e 402-422 [°C], para as taxas de aquecimento analisadas.

O valor de massa residual da cortiça é nulo para as duas taxas de aquecimento mais baixas, mas para 20 e 50 [°C/min], por se tratar de taxas de aquecimento elevadas, para uma temperatura de 900 [°C] a amostra possui uma massa residual de 10% e 12%, respetivamente.

Os testes DSC a uma taxa de aquecimento de 10 [°C/min] mostram uma diferença significativa entre os dois materiais. Enquanto que a tinta intumescente é caracterizada por várias

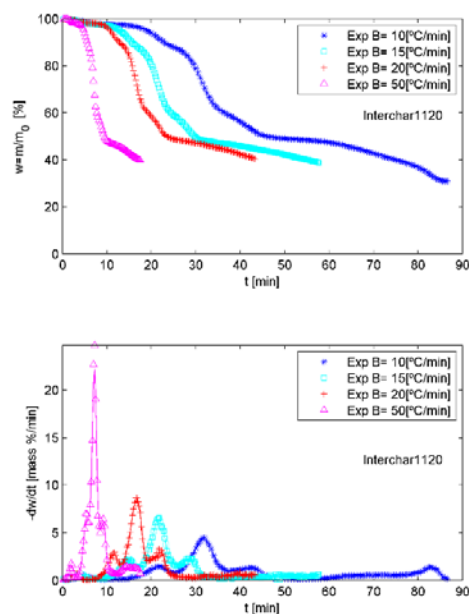


Fig. 4 - Curvas TG e DTG da tinta intumescente a diferentes taxas de aquecimento.

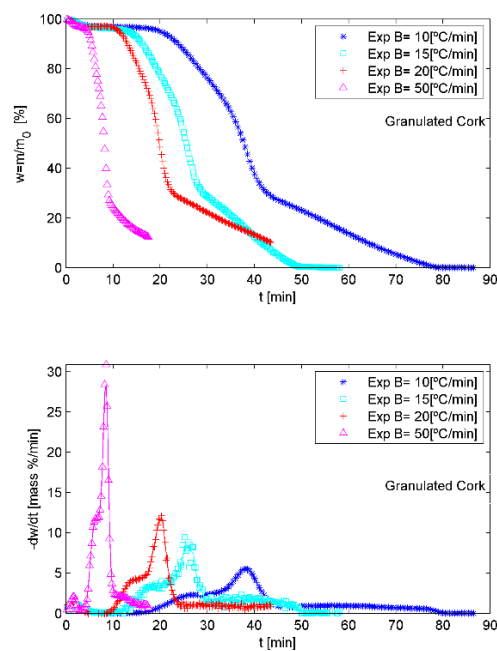


Fig. 5 - Curvas TG e DTG do granulado de cortiça para diferentes taxas de aquecimento.

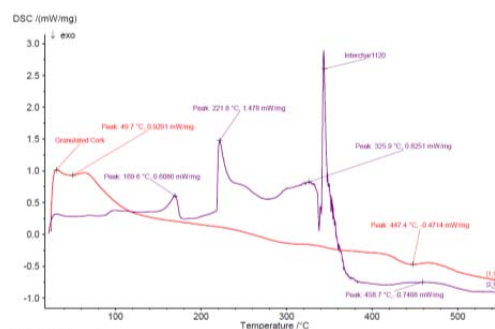


Fig. 6 - Resultados do teste DSC da tinta intumescente e do granulado de cortiça.



reações endotérmicas, a cortiça possui dois picos exotérmicos, visíveis a aproximadamente 300 [°C] e a 447 [°C], conforme já identificado no trabalho de Şen et al (Şen, Ali et al, 2014).

## 5 RESULTADOS DOS TESTES REALIZADOS NO CALORIMETRO DE PERDA DE MASSA

Os resultados dos ensaios efetuados no calorímetro de cone são apresentados nas figuras seguintes. Como referência são apresentados, na Fig. 7, os resultados da variação da temperatura dos ensaios realizados em placas de 6 e 14 [mm] com uma exposição de 35 e 75 [kW/m<sup>2</sup>] sem proteção. As placas testadas atingem uma temperatura estacionária de 490 [°C] e de 698 [°C], para 35 e 75 [kW/m<sup>2</sup>], respetivamente.

Os resultados da variação da temperatura das placas protegidas com tinta intumescente, ver Fig. 8, é significativamente inferior às placas não protegidas, mostrando a eficiência deste material de proteção. Para um período de tempo específico, a temperatura diminui com o aumento da espessura da tinta (DFT) e com o aumento da espessura da placa de aço.

As amostras protegidas com granulado A e B atingem temperaturas mais elevadas quando comparadas com a proteção de tinta intumescente, e entre estas as que apresentam uma maior eficiência são as protegidas com granulado de cortiça do tipo A (0,18[mm]). A Tabela 1 apresenta valores de referência da temperatura do aço para um período de exposição de 30 [min.].

Como já referido, embora a fração mássica

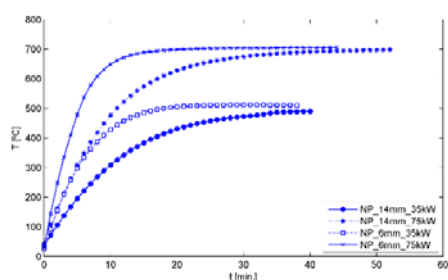


Fig. 7 - Variação da temperatura do aço das placas de aço sem proteção ao fogo.

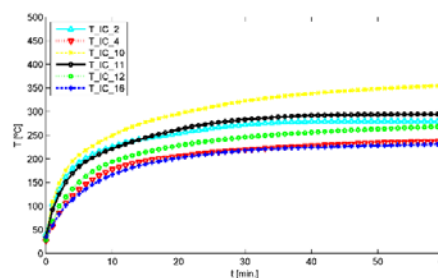


Fig. 8 – Variação da temperatura do aço das amostras protegidas com tinta intumescente.

de cortiça seja de 5% e 10%, a fração volumétrica de cortiça na amostra é muito superior, o que reflete a diferença da expansão da intumescência entre as amostras só com tinta em comparação com as amostras de tinta mais granulada de cortiça, como se pode verificar da Fig. 11 à Fig. 16. Estas figuras apresentam o valor médio da variação da espessura da intumescência da zona central das placas (50% da largura) e o respetivo desvio padrão dos 20 pontos medidos.

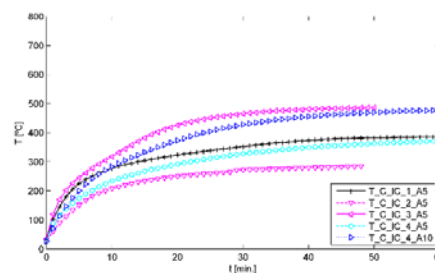


Fig. 9 - Variação da temperatura do aço das amostras com granulado do tipo A.

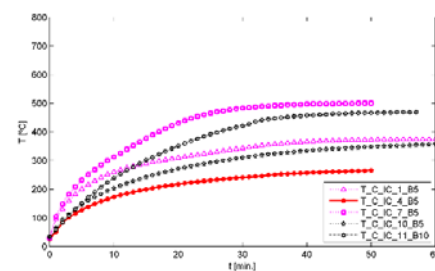
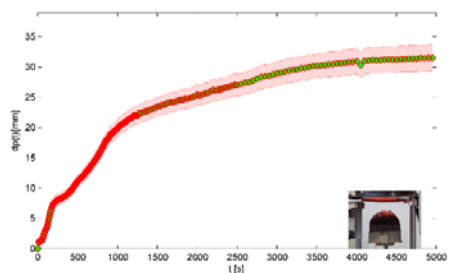
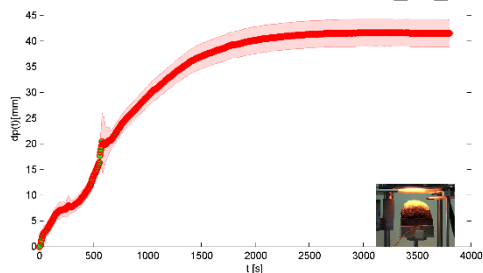


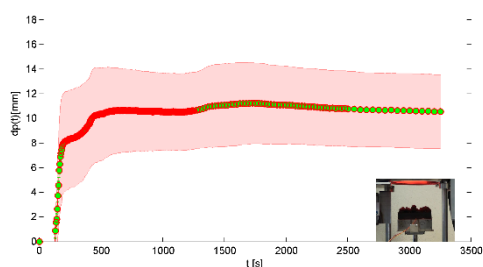
Fig. 10 – Variação da temperatura do aço das amostras com granulado do tipo B.



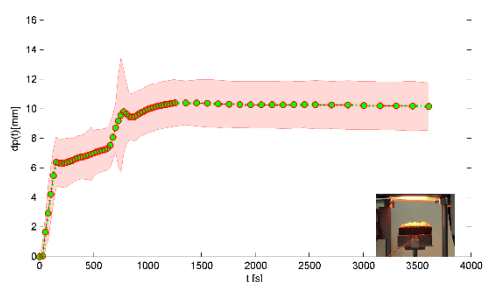
**Fig. 11** – Variação com o tempo da espessura da intumescência média da amostra T\_IC\_4.



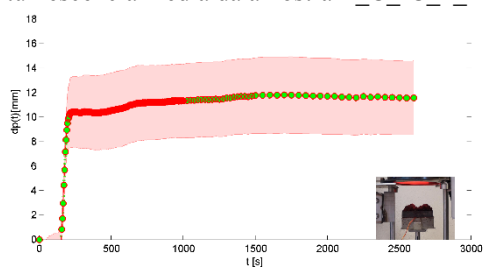
**Fig. 12** - Variação com o tempo da espessura da intumescência média da amostra T\_IC\_12.



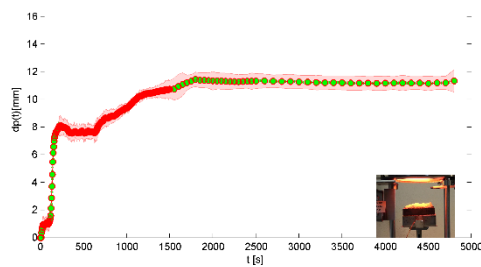
**Fig. 13** - Variação com o tempo da espessura da intumescência média da amostra T\_C\_IC\_2\_A5.



**Fig. 14** - Variação com o tempo da espessura da intumescência média da amostra T\_C\_IC\_4\_A5.



**Fig. 15**- Variação com o tempo da espessura da intumescência média da amostra T\_C\_IC\_4\_B5.



**Fig. 16** - Variação com o tempo da espessura da intumescência média da amostra T\_C\_IC\_10\_B5.

Os testes realizados com um fluxo de calor de 35 [kW/m<sup>2</sup>] resultam numa intumescência que não é tão uniforme como as ensaiadas com 75 [kW/m<sup>2</sup>], o que diminui a sua eficiência de proteção. No caso do fluxo mais elevado, é criada uma camada carbonizada logo nos instantes iniciais impedindo que os gases que produzem a expansão saiam, originando uma expansão mais uniforme e mais elevadas.

Quando é utilizada uma fração mássica de cortiça de 10% (testes A10 e B10), existindo mais cortiça do que tinta intumescente, a carbonização inicial da cortiça origina uma camada superficial de elevada rigidez mecânica que a pressão dos gases resultantes da decomposição da tinta não consegue expandir, criando pequenas fissuras superficiais através das quais fluem para o exterior. Nestes casos a expansão das amostras é muito reduzida ou mesmo inexistente.

A perda de massa das amostras é apresentada nas figuras seguintes em função da massa inicial ( $m_0$ ) e da perda de massa total ( $m_0 - m_f$ ). As figuras mostram, numa fase inicial, a decomposição do material e a capacidade de geração de gás para expandir a camada de proteção e, numa fase posterior, uma segunda etapa do processo de carbonização, com a transformação oxidativa do material carbonoso.

A taxa de perda de massa é tanto mais acentuada quanto maior for a taxa de aquecimento do material de proteção, ocorrendo para fluxos de calor superiores e espessuras da chapa de aço inferiores.

## 6. CONCLUSÕES

Este trabalho apresenta e demonstra clara-

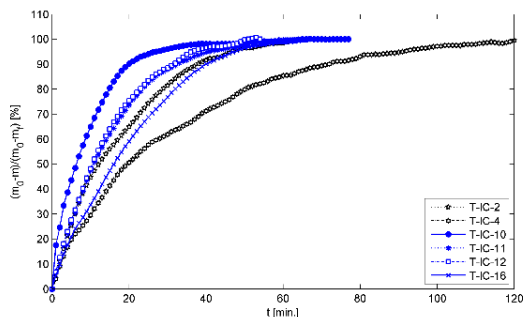


Fig. 17 - Perda de massa percentual das amostras com tinta intumescente.

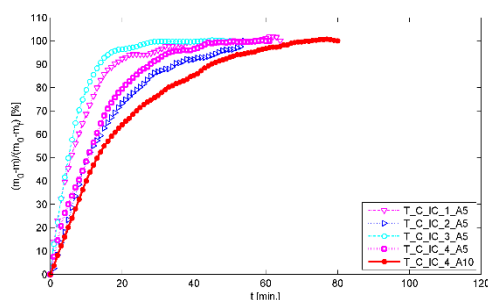


Fig. 18 – Perda de massa percentual das amostras com granulado de cortiça do tipo A.

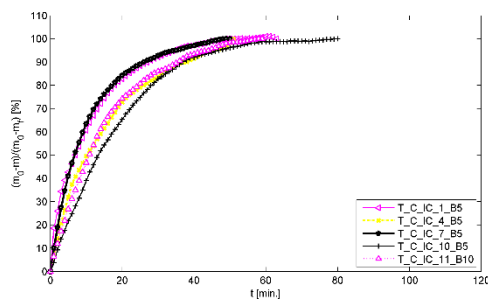


Fig. 19 - Perda de massa percentual das amostras com granulado de cortiça do tipo B.

mente o interesse e a potencialidade de se utilizar o granulado de cortiça como material de proteção ao fogo.

Os testes realizados com duas granulometrias de cortiça (0.18 e 0.25 [mm]) permitem aferir uma maior eficiência de proteção com granulometrias inferiores.

As frações mássicas de cortiça estudadas possuem um comportamento muito distinto. Quando é utilizada uma fração de 10% de cortiça não se verifica uma expansão da proteção significativa, resultando numa camada de proteção de elevada rigidez, por comparação com a fração de 5%. Neste último caso, a expansão e a eficiência térmica

resultante é significativa, prevendo-se um elevado potencial deste material de proteção.

Assim, os autores têm planeados ensaios adicionais com vista à otimização da formulação para se obter um melhor desempenho final deste material de proteção ao fogo.

## AGRADECIMENTOS

Os autores reconhecem o apoio e o fornecimento dos materiais utilizados no estudo das empresas Granorte® e International Paints®.

## REFERÊNCIAS

- Duquesne, S.; S., Bourbigot; Delobel, R., (2007), *Mechanism of fire protection in intumescent coatings*, European Coatings Conference: Fire Retardant Coatings II, Eds Berlin.
- Gil, Luis, (2012), *Capítulo 13 – Cortiça*. In Eds Gonçalves, M. C. & Margarido, F., CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS DE CONS-TRUÇÃO, Chap. ISBN 978-989-8481-17-7.
- ISO, (2002), *ISO5660-1: Reaction to fire tests - Heat release, smoke production and mass loss rate. Part 1: Heat release rate (cone calorimeter method)*, International Organization for Standardization,
- MESTRE, A.; GIL, L., (2011), *Cork for Sustainable Product Design*, Ciência & Tecnologia dos Materiais, Vol. 23, n.º 3/4,
- Mesquita, L.; Piloto, P.; Magalhães, F.; Pimenta, J.; Vaz, M., (2010), *Caracterização da decomposição térmica e formação carbonosa de tintas intumescentes*, p. 169-170, 8º Congresso Nacional de Mecânica Experimental, Eds Guimarães.
- Şen, Ali; Van den Bulcke, Jan; Defoirdt, Nele; Van Acker, Joris; Pereira, Helena, (2014), *Thermal behaviour of cork and cork components*, Thermochimica Acta, Vol. 582, n.º 0, p. 94-100.