

PUCRS

PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA DO RIO GRANDE DO SUL PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO

PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA E TECNOLOGIA DE MATERIAIS

> Faculdade de Engenharia Faculdade de Física Faculdade de Química



PGETEMA

DESENVOLVIMENTO DE FILTRO CARTUCHO DE POLIIMIDA PARA ALTAS TEMPERATURAS COM RESINA EPÓXI DGEBA E NOVO AGENTE DE CURA

LUCIANO PESKE CERON

ENGENHEIRO QUÍMICO MESTRE EM ENGENHARIA E TECNOLOGIA DE MATERIAIS

TESE PARA A OBTENÇÃO DO TÍTULO DE DOUTOR EM ENGENHARIA E TECNOLOGIA DE MATERIAIS

> Porto Alegre Março, 2012



PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA DO RIO GRANDE DO SUL PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO **PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA E TECNOLOGIA DE MATERIAIS** Faculdade de Engenharia Faculdade de Física

Faculdade de Química



DESENVOLVIMENTO DE FILTRO CARTUCHO DE POLIIMIDA PARA ALTAS TEMPERATURAS COM RESINA EPÓXI DGEBA E NOVO AGENTE DE CURA

LUCIANO PESKE CERON

ENGENHEIRO QUÍMICO MESTRE EM ENGENHARIA E TECNOLOGIA DE MATERIAIS

ORIENTADORA: PROF^a. DR^a. SANDRA MARA OLIVEIRA EINLOFT COORIENTADORA: PROF^a. DR^a. ROSANE ANGÉLICA LIGABUE

Tese realizada no Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia de Materiais (PGETEMA) da Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul, como parte dos requisitos para a obtenção do título de Doutor em Engenharia e Tecnologia de Materiais.

Porto Alegre Março, 2012

Catalogação na Fonte

C416d	Ceron, Luciano Peske Desenvolvimento de filtro cartucho de Poliimida para altas temperaturas com resina Epóxi DGEBA e novo agente de cura / Luciano Peske Ceron. – Porto Alegre, 2012. 144 f.			
	Tese (Doutorado) – Fac. de Engenharia PGETEMA, Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia de Materiais, PUCRS.			
	Orientador: Prof ^a . Dr ^a . Sandra Mara Oliveira Einloft.			
	1. Engenharia Química. 2. Filtração. 3. Reticulador. 4. Filtro de Cartucho. I. Einloft, Sandra Mara Oliveira. II. Título.			
	CDD 660.283			

Bibliotecária Responsável Ginamara Lima Jacques Pinto CRB 10/1204

DESENVOLVIMENTO DE FILTRO CARTUCHO DE POLIIMIDA PARA ALTAS TEMPERATURAS COM RESINA EPÓXI DGEBA E NOVO AGENTE DE CURA

CANDIDATO: LUCIANO PESKE CERON

Esta Tese de Doutorado foi julgada para obtenção do título de DOUTOR EM ENGENHARIA E TECNOLOGIA DE MATERIAIS e aprovada em sua forma final pelo Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia de Materiais da Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul.

Somalie Gulot DRA. SANDRA MARA OLIVEIRA EINLOFT - ORTENTADORA DRA. ROSANE ANGELICA LIGABUE - COORIENTADORA **BANCA EXAMINADORA** DRA. CARMEN IARA WALTER CALCAGNO - DO INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA SUL-RIO-GRANDENSE - IFSUL DR. PAULO ERNANI BAUER - DA FACULDADE DE ENGENHARIA - PUCRS DR. MARCAL JOSÉ RODRIGUES PIRES - DO PGETEMA/FENG - PUCRS DR. MARCUS SEFERIN - DO PGETEMA/FENG - PUCRS

Porto Alegre, 27 de março de 2012.

"Nenhum homem realmente produtivo pensa, como se estivesse escrevendo uma dissertação". "Se quer viver uma vida feliz, amarre-se a uma meta, não às pessoas nem às coisas". "Saber não é o bastante, é preciso aplicar. Querer não é o bastante, é preciso fazer". "Lembre-se que as pessoas podem tirar tudo de você, menos o seu conhecimento". "A mente que se abre a uma nova ideia, jamais voltará ao seu tamanho original". "O único homem que está isento de erros, é aquele que não arrisca acertar". "Grandes almas sempre encontraram forte oposição de mentes medíocres". "Triste época! É mais fácil desintegrar um átomo do que um preconceito". "Tudo poderia se tornar o mais simples possível, mas não simplificado". "O único lugar aonde sucesso vem antes do trabalho é no dicionário".

Albert Einstein

DEDICATÓRIA

Dedico esta tese aos meus pais Helga e Lucindo, por tudo o que fizeram pela minha formação pessoal e profissional.

AGRADECIMENTOS

Agradeço à orientadora Sandra pelo incentivo neste longo caminho desde a graduação e mestrado. Obrigado por ensinar os passos para tornar-me pesquisador, misturando os complexos modelos de polímeros/epóxi e não tecidos/filtração que se fundiram nesta tese. Acreditar sempre foi o primeiro passo.

Meus agradecimentos à Rosane, coorientadora, por dar crédito à realização deste estudo e olhar para a química com paixão. Juntos, participamos de muitos eventos e congressos, com tantas correções de artigos, sempre objetivas e bem colocadas. Sua ajuda estimulou-me a avançar cada vez mais, para ficar melhor.

Obrigado à professora Jandyra Fachel, pelas contribuições no uso de ferramentas estatísticas que foram aplicadas para aprimorar este estudo.

Um agradecimento especial a todos os professores que contribuíram para a melhoria deste trabalho, através das suas participações nas bancas avaliadoras: Carmen Calcagno, Carlos Alexandre dos Santos, Marçal Pires, Marcus Seferin e Paulo Bauer.

Gostaria de agradecer as bolsistas Camila, Franciele e Natália pela ajuda em artigos, equipamentos e ensaios realizados neste estudo.

Aos diretores da Renner Têxtil, João, Mário e Maria Cristina, por terem propiciado a oportunidade de conhecer a tecnologia de filtração em não tecidos, estudo que virou uma paixão.

Ao incansável Flávio Kenes pela parceria em estudarmos vários processos de filtração, que fundamentaram a base deste conhecimento. Aos colegas Andrei, Eliton, Fabio, Ivars, José Carlos, Marcelo, Sinezio, Sonia, Tiago, Waldemir e Wilson, pelas inúmeras aplicações de filtração de particulados em várias empresas brasileiras. E ao Mark Aitken pela ajuda em relação às necessidades de literatura de P84 com a empresa Evonick.

Agradeço aos meus pais por todo apoio e incentivo nos últimos quatro anos. Espero que esta conquista sirva de inspiração e exemplo à Luiza, minha filha, em seus estudos.

Finalmente, gostaria de agradecer a Tárcia, MEU AMOR. Muito obrigado pela paciência, muita paciência, por entender o grau de dificuldade em fazer o doutorado e trabalhar ao mesmo tempo. Meu muito obrigado, mesmo!

SUMÁRIO

DEDICATÓRIA	V
AGRADECIMENTOS	VI
SUMÁRIO	VII
LISTA DE QUADROS	XIV
LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS	XV
RESUMO	XVI
ABSTRACT	XVII
1. INTRODUÇÃO	18
2. OBJETIVOS	21
2.1. OBJETIVO GERAL	21
2.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS	21
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	22
3.1. EQUIPAMENTOS INDUSTRIAIS	22
3.2. FILTRO DE CARTUCHO	23
3.2.1. Cartucho	25
3.2.2. Filtração de Particulados	26
3.2.3. Perda de Carga	27
3.2.4. Ciclos de Filtração e Limpeza	29
3.2.5. Permeabilidade	30
3.3. MATERIAL PARTICULADO	31
3.3.1. Propriedades das Partículas	31
3.3.2. Mecanismo de Captura	32
3.3.3. Legislação	34
3.4. MEIOS FILTRANTES	35
3.4.1. Fabricação de Não tecidos	36
3.4.2. Fibras	
3.4.3. Poliimida	39
3.5. RESINA EPÓXI	40
3.5.1. Agente de Cura	41
3.5.2. Cura	43
3.5.3. Degradação	45

	3.5.4. Interações com Água	46
	3.5.5. Trincas	48
4. N	MATERIAIS E MÉTODOS	50
4.1.	. MATERIAIS	50
	4.1.1. Fibra de Poliimida	50
	4.1.2. Não tecidos	51
	4.1.3. Resina DGEBA	51
	4.1.4. Agente de Cura	52
	4.1.5. Resina Epóxi DGEBA	53
	4.1.6. Modelo de Material Particulado	54
4.2.	. MÉTODOS	55
	4.2.1. Espectroscopia na Região do Infravermelho	55
	4.2.2. Calorimetria Exploratória Diferencial	55
	4.2.3. Microscopia Eletrônica de Varredura	56
	4.2.4. Análise Termogravimétrica	56
	4.2.5. Fabricação do Não tecido	56
	126 Determinação da Gramatura, Espassura o Permeshilidado	57
	4.2.0. Determinação da Graniatura, Espessura e Permeabilidade	
	4.2.7. Análise de Alteração Dimensional	58
	 4.2.8. Ensaio de Inflamabilidade 	57 58 58
	 4.2.0. Determinação da Granatura, Espessura e Permeabilidade 4.2.7. Análise de Alteração Dimensional 4.2.8. Ensaio de Inflamabilidade 4.2.9. Simulação de Filtração 	57 58 58 59
	 4.2.0. Determinação da Granatura, Espessura e Permeabilidade 4.2.7. Análise de Alteração Dimensional 4.2.8. Ensaio de Inflamabilidade 4.2.9. Simulação de Filtração 4.2.10. Ensaio de Tração 	58 58 59 62
	 4.2.0. Determinação da Graniatura, Espessura e Permeabilidade	58 58 59 62 62
	 4.2.0. Determinação da Gramatura, Espessura e Permeabilidade	58 58 59 62 62 62
	 4.2.0. Determinação da Gramatura, Espessura e Permeabilidade	58 58 59 62 62 62 63 64
	 4.2.0. Determinação da Gramatura, Espessura e Permeabilidade	58 58 59 62 62 63 64 65
	 4.2.0. Determinação da Gramatura, Espessura e Permeablidade	58 59 62 62 62 63 64 65 66
	 4.2.6. Determinação da Gramatura, Espessura e Permeabilidade	58 58 59 62 62 63 64 65 66 67
	 4.2.0. Determinação da Graniatura, Espessura e Permeabilidade	57 58 59 62 62 63 64 65 66 67 70
	 4.2.0. Determinação da Gramatura, Espessura e Permeablidade	57 58 59 62 62 62 63 64 65 66 67 70 70
	 4.2.0. Determinação da Gramatura, Espessura e Permeabilidade	57 58 59 62 62 62 63 64 65 66 67 70 71
	 4.2.0. Determinação da Gramatura, Espessura e Permeabilidade	57 58 59 62 62 62 63 64 65 66 67 70 71 71
5. F	 4.2.0. Determinação da Granatura, Espessura e Fermeabilidade	58 58 59 62 62 62 63 64 65 66 67 70 71 71 71
5. F 5.1.	 4.2.0. Determinação da Granatura, Espessura e Permeabilidade	57 58 59 62 62 62 62 63 64 65 66 67 70 71 71 71 71

ÊNDICES	135
TA DE PUBLICAÇÕES E PARTICIPAÇÃO EM CONGRESSOS	133
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	121
PROPOSTAS PARA TRABALHOS FUTUROS	120
CONCLUSOES	118
5.5.2.3. Controle Térmico	116
5.5.2.2. Controle de Pressão Diferencial	115
5.5.2.1. Controle de Emissão	114
5.5.2. Teste Industrial	114
5.5.1. Unidade Experimental de Filtração	110
. CARTUCHO	110
5.4.5. Impacto Izod	107
5.4.4.4. Ensaio de Absorção de Umidade	103
5.4.4.3. Ensaio Térmico	100
5.4.4.2. Comparativo entre Agentes de Cura	
5.4.4.1. Condições de Preparo	96
5.4.4. Ensaio de Tração	96
5.4.3. Calorimetria Exploratória Diferencial	95
5.4.2. Espectroscopia na Região do Infravermelho (FTIR)	93
5.4.1. Análise Termogravimétrica	91
. RESINA EPOXI	91
5.3.5.3. Eficiência de Filtração	90
5.3.5.2. Permeabilidade	
5.3.5.1. Teste ANOVA	
5.3.5. Simulação de Filtração	83
5.3.4. Ensaio de Tração	81
5.3.3. Ensaio de Inflamabilidade	80
5.3.2. Análise de Alteração Dimensional e Permeabilidade	78
5.3.1. Caracterização dos Têxteis	76
. NÃO TECIDOS	76
5.2.2. Espectroscopia na Região do Infravermelho (FTIR)	75
5.2.1. Análise Termogravimétrica	74
. FIBRA DE POLIIMIDA	74
	FIBRA DE POLIIMIDA. 5.2.1. Análise Termogravimétrica. 5.2.2. Espectroscopia na Região do Infravermelho (FTIR). NÃO TECIDOS. 5.3.1. Caracterização dos Têxteis 5.3.2. Análise de Alteração Dimensional e Permeabilidade 5.3.3. Ensaio de Inflamabilidade 5.3.4. Ensaio de Tração 5.3.5. Simulação de Filtração. 5.3.5.1. Teste ANOVA 5.3.5.2. Permeabilidade. 5.3.5.3. Eficiência de Filtração. S.4.1. Análise Termogravimétrica. 5.4.2. Espectroscopia na Região do Infravermelho (FTIR). 5.4.3. Calorimetria Exploratória Diferencial 5.4.4. Ensaio de Tração 5.4.4. Ensaio de Tração 5.4.4. Ensaio de Alteração 5.4.4. Condições de Preparo 5.4.4. Comparativo entre Agentes de Cura. 5.4.4. Sensaio Térmico. 5.4.4. Ensaio de Absorção de Umidade. 5.4.5. Impacto Izod CARTUCHO 5.5.1. Unidade Experimental de Filtração. 5.5.2. Teste Industrial 5.5.2.2. Controle de Presão Diferencial 5.5.2.3. Controle de Presão Diferencial 5.5.2.4. Controle de Presão Diferencial 5.5.2.3. Controle Térmico. SONCLUSÕES.

LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1 - Sistema de despoeiramento.	.23
Figura 3.2 - Filtro de cartucho	.24
Figura 3.3 - Filtro cartucho plissado com estrutura metálica	.25
Figura 3.4 - Filtração de particulados	.26
Figura 3.5 - Micrografia de retenção de particulados em profundidade	.27
Figura 3.6 - Perda de carga e ciclos de filtração	.28
Figura 3.7 - Mecanismos de captura de particulados	.32
Figura 3.8 - (a) Micrografia de não tecido; (b) Micrografia de tecido	.35
Figura 3.9 - Fabricação de não tecido por cardagem e meios mecânicos	.36
Figura 3.10 - Tratamento térmico em Rama	.37
Figura 3.11 - Reação de síntese da poliimida aromática	.40
Figura 3.12 - Exemplo de curva de TGA/DTG para PI	.40
Figura 3.13 - Monômero Epóxi	.41
Figura 3.14 - Rota sintética da resina epóxi DGEBA	.41
Figura 3.15 - Reações dos grupos epóxi com aminas primárias e secundárias	.42
Figura 3.16 - Reação entre os grupos hidroxila e epóxi	.43
Figura 3.17 - Estágios de cura de resina epóxi DGEBA	.43
Figura 3.18 - Esquema da estrutura para sistema epóxi após cura com amina	.44
Figura 3.19 - Curva de absorção de água em epóxi	.46
Figura 3.20 - (a) Molécula de água ligada à resina por ligação de hidrogênio;	(b)
Molécula de água ligada à resina por hidrogênio em multi-sítios de conexão	.47
Figura 3.21 - Formação de trinca e propagação em epóxi	.49
Figura 4.1 - Fibra e estrutura química da PI	.50
Figura 4.2 - Estrutura química dos compostos poliaminoamida e amina	.52
Figura 4.3 - Estrutura química do agente de cura TETA	.52
Figura 4.4 - Estrutura química do agente de cura DDM	.53
Figura 4.5 - Estrutura química do agente de cura DETA	.53
Figura 4.6 - Permeabilimetro	.57
Figura 4.7 - Partes identificadas do Simulador de Filtração	.60
Figura 4.8 - Parte interna do duto aberta com a amostra de não tecido	.61
Figura 4.9 - Corpo de prova para tração de epóxi, com medidas em mm	.63
Figura 4.10 - Corpo de prova com entalhe para izod, com medidas em mm	.65
Figura 4.11 - (a) Tela metálica interna; (b) Filtro cartucho de PI	.66
Figura 4.12 - Unidade de filtração e esquema geral do equipamento	.67
Figura 5.1 - Distribuição granulométrica de PEBD obtida por peneiramento	.72
Figura 5.2 - Micrografia do particulado de PEBD	.73

Figura 5.3 - Distribuição granulométrica de particulados para o simulador ETS73
Figura 5.4 - Curvas de TGA/DTG da fibra de PI74
Figura 5.5 - FTIR da fibra de Pl75
Figura 5.6 - Micrografia do não tecido de PI ampliada em 50, 200 e 400 vezes77
Figura 5.7 - Micrografia do não tecido de PES78
Figura 5.8 - Micrografia do não tecido de PAN77
Figura 5.9 - Curva da alteração dimensional em função da temperatura
Figura 5.10 - Curva da permeabilidade em função da temperatura para a PI79
Figura 5.11 - (a) Amostra inicial; (b) Queima na região do pino
Figura 5.12 - Resultados longitudinais para a PI em função do tempo após exposição
térmica82
Figura 5.13 - Resultados transversais para a PI em função do tempo após exposição
térmica82
Figura 5.14 - Perda de carga residual versus número de ciclos de limpeza em
diferentes velocidades de limpeza e temperatura do gás para a PAN83
Figura 5.15 - Perda de carga residual versus número de ciclos de limpeza em
diferentes velocidades de limpeza e temperatura do gás para o PES
Figura 5.16 - Perda de carga residual versus número de ciclos de limpeza em
diferentes velocidades de limpeza e temperatura do gás para a PI
Figura 5.17 - Micrografia de aglutinação de particulados em Pl
Figura 5.18 - Limites de confiança de 95% para massa retida pela ANOVA87
Figura 5.19 - Variação da permeabilidade ao final da simulação de filtração89
Figura 5.20 - Eficiência de retenção na simulação de filtração
Figura 5.21 - Curvas de TGA/DTG da resina epóxi92
Figura 5.22 - Espectros FTIR: (a) resina DGEBA, (b) agente de cura, (c) formulação
do epóxi93
Figura 5.23 - Curvas de DSC da cura do epóxi a 25ºC95
Figura 5.24 - Tensão X Deformação em condições normal
Figura 5.25 - Epóxi com 50% de agente de cura: (a) Corpo de prova rompido; (b)
Micrografia do corpo de prova rompido98
Figura 5.26 - Epóxi com 30% de agente de cura: (a) Corpo de prova rompido; (b)
Micrografia do corpo de prova rompido99
Figura 5.27 - Resultados do teste de tração após ação térmica
Figura 5.28 - Corpos de prova após teste térmico a 80ºC, 160ºC, 200ºC, 240ºC e
260°C
Figura 5.29 - Micrografias dos corpos de prova submetidos a 260ºC102
Figura 5.30 - (a) Protótipo com trinca na resina; (b) Micrografia da trinca a 260ºC.102
Figura 5.31 - (a) Protótipo com trinca na resina; (b) Micrografia da trinca a 260ºC.103

Figura 5.32 - Curva de ganho de massa em função da raiz quadrada do tempo de imersão......104 Figura 5.33 - Amostras com 30%, 40%, 50%, 60% e 70% de agente de cura, após Figura 5.34 - Propriedades mecânicas em condições normais e após 64 dias de imersão......106 Figura 5.37 - Micrografia de corpo de prova rompido em teste de impacto izod (50%) Figura 5.38 - Amostras após a 80°C, 160°C, 200°C, 240°C e 260°C......110 Figura 5.39 - Perda de carga e emissão de particulados para a PAN......111 Figura 5.40 - Perda de carga e emissão de particulados para o PES......111 Figura 5.41 - Perda de carga e emissão de particulados para a Pl......111 Figura 5.42 - Acompanhamento da emissão de particulados......114

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1 - Fibras utilizadas como meio filtrantes e suas propriedades 38
Tabela 4.1 - Medidas do cartucho67
Tabela 4.2 - Medidas do cartucho para a unidade experimental68
Tabela 5.1 - Identificação das bandas do espectro da fibra de PI
Tabela 5.2 - Resultados de caracterização dos não tecidos
Tabela 5.3 - Resultados de tração e alongamento em PI, antes e após exposição
térmica81
Tabela 5.4 - Teste ANOVA pelo SAS dos efeitos entre grupos para massa retida87
Tabela 5.5 - Resultados de permeabilidade e redução % após o teste de simulação.
Tabela 5.6 - Eficiência de retenção percentual na simulação de filtração90
Tabela 5.7 - Identificação das bandas da resina DGEBA
Tabela 5.8 - Identificação das bandas do agente de cura
Tabela 5.9 - Identificação das bandas da formulação do epóxi
Tabela 5.10 - Propriedades mecânicas comparativas de preparo em ambiente
controlado e normal96
Tabela 5.11 - Propriedades mecânicas comparativas com outros agentes de cura. 99
Tabela 5.12 - Resultados do ensaio de absorção de água
Tabela 5.13 - Propriedades mecânicas após 64 dias de imersão em banho-maria.
Tabela 5.14 - Resultados de impacto izod107
Tabela 5.15 - Resultados de pressão e emissão na unidade experimental de
filtração111

LISTA DE QUADROS

Quadro 3.1 -	Equipamentos e cap	tura na filtração	de particulad	os	22
Quadro 3.2 -	Efeito da temperatura	a e pressão para	a diferentes m	necanismos	33

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

- ABNT Associação Brasileira de Normas Técnicas
- ASTM American Society for Testing and Materials
- BSI British Standards Institution
- CETEPO Centro Tecnológico de Polímeros
- **CONAMA Conselho Nacional do Meio Ambiente**
- **DDM Diamina Aromática Tetrafuncional**
- DETA Amina Alifática Dietileno Triamina
- DGEBA Diglicidil Éter de Bisfenol-A
- DMAc Dimetil Acetamida
- DMF Dimetil Formamida
- DSC Calorimetria Exploratória Diferencial
- DTG Termogravimetria Derivada
- **EPA -** Enviromental Protection Agency
- ETV Enviromental Technology Verification
- FTIR Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier
- IBAMA Instituto Brasileiro do Meio Ambiente
- MEV Microscopia Eletrônica de Varredura
- MP Material Particulado
- NMP n-Metil-Pirrolidona
- PAA Poli(Ácido Âmico)
- PAN Poliacrilonitrila Copolímero
- PEBD Polietileno de Baixa Densidade
- PES Poliéster
- PI Poliimida
- SAS Statistical Analysis System
- SENAI Serviço Nacional de Aprendizagem Industrial
- TETA Amina Alifática Trietileno Tetramina
- TGA Análise de Termogravimetria

RESUMO

CERON, Luciano Peske. **Desenvolvimento de filtro cartucho de poliimida para altas temperaturas com resina epóxi DGEBA e novo agente de cura.** Porto Alegre. 2012. Tese de Doutorado. Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia de Materiais, PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA DO RIO GRANDE DO SUL.

Neste estudo avaliou-se o desenvolvimento de filtro cartucho de poliimida para uso em altas temperaturas, para filtração de particulados de PEBD em indústria petroquímica. Foi pesquisado um epóxi, preparado com resina DGEBA e nova formulação de agente de cura de poliaminoamida: amina 9:1, para a colagem do não tecido plissado nas extremidades metálicas do cartucho. A primeira etapa da pesquisa consistiu na caracterização dos particulados de PEBD (peneiramento e MEV), da fibra de poliimida (TGA e FTIR), dos não tecidos de poliimida, do poliéster e poliacrilonitrila copolímero (MEV) e do epóxi (TGA, FTIR e DSC). A segunda parte do estudo foi de desempenho em não tecidos, quanto à alteração dimensional, permeabilidade e inflamabilidade. Avaliou-se por tração as propriedades mecânicas do não tecido de poliimida, submetido a diversas temperaturas em função do tempo. Por meio da ANOVA realizou-se a análise dos experimentos multifatoriais de simulação de filtração em não tecidos. A terceira parte envolveu a escolha da formulação ideal entre resina DGEBA e agente de cura, através de ensaios de tração: quanto às condições de preparo, comparativos com outros agentes de curas, ensaios térmicos e absorção de umidade. A resistência ao impacto do epóxi foi avaliada por izod. A última etapa foi dedicada aos testes de filtração em cartucho, laboratorial e industrial, para verificar a eficácia do conjunto da construção. Os resultados laboratoriais obtidos com protótipos de cartuchos demonstraram a melhor performance de filtração com poliimida comparada aos outros não tecido, devido a rápida formação da torta de filtração, pouca perda de carga e baixa emissão. Após vinte e cinco meses de aplicação industrial do filtro cartucho de poliimida com resina epóxi, constatou-se boas condições de filtração até 240°C, com baixa emissão de particulados, perda de carga controlada e reaproveitamento de energia no processo industrial.

Palavras-Chave: Filtração. Não tecido. Particulado. P84. Reticulador.

ABSTRACT

CERON, Luciano Peske. **Development filter cartridge of polyimide with high temperature DGEBA epoxy resin and a new curing agent.** Porto Alegre. 2012. PhD Thesis. Graduation Program in Materials Engineering and Technology, PONTIFICAL CATHOLIC UNIVERSITY OF RIO GRANDE DO SUL.

This study evaluated the development of polyimide filter cartridge for use in high temperature particulate filtration of LDPE in the petrochemical industry. An epoxy prepared with DGEBA resin and a new curing agent formulation of polyaminoamide: amine 9:1 was evaluated for gluing pleating non-woven fabric to the cartridge metal borders. The research first step was to characterize LDPE particles (screening and SEM) of polyimide fiber (TGA and FTIR), polyimide non-woven fabric, polyester, and polyacrylonitrile copolymer (SEM) and epoxy (TGA, FTIR and DSC). The study second step was application in non-woven fabric for its dimensional alteration dimensional, permeability and inflammability. Polyamide non-woven fabric mechanical properties was analyzed by tensile strength under several temperatures in relation to time. Multifactor experiments for non-woven fabric filtration were analyzed using ANOVA. The third step was attributed to choosing an ideal formulation between DGEBA resin and curing agent through tensile strength test: regarding its preparation conditions, compared to other curing agents, thermal tests and humidity absorbance. Epoxy impact resistance was analyzed by izod. The last step was dedicated to cartridge filtration tests, laboratorial and industrial, in order to verify the construction set efficacy. Laboratory results obtained with cartridge prototypes show a better filtration performance with polyimide compared to other non-woven fabrics due its rapid onset of filtration cake, smaller load loss and low emission. After twenty-five months of industrial use of the polyimide cartridge filter with epoxy resin, it was observed good filtration conditions under up to 240°C with low particle emission, controlled load loss and power reuse in the industrial process.

Keywords: Filtration. Now-woven. Particulate. P84. Crosslinker.

1. INTRODUÇÃO

A filtração de gases a altas temperaturas é considerada um dos mais promissores recursos no desenvolvimento da tecnologia de coleta de particulados nos últimos anos, visto que a limpeza é de grande importância não só por motivos ambientais como também econômicos (AL-OTOOM, 2005). As necessidades, em curto prazo, em sistema de reaproveitamento térmico estimulou a realização deste trabalho, onde o foco é voltado para a captura de particulados em indústria de processos químicos.

Atualmente, as pesquisas de novos produtos têxteis para filtração de resíduos sólidos são direcionadas ao estudo de não tecidos utilizados na construção de filtros que sejam mais resistentes e adequados para situações críticas, desenvolvendo a aplicação em equipamentos industriais. Os avanços nos estudos dos filtros estão centrados ainda, na melhoria do seu desempenho sob o ponto de vista econômico, de forma que vários trabalhos estão sendo realizados com o intuito de aumentar a vida útil dos não tecidos em elementos filtrantes (TANABE, 2008).

Segundo a NBR 10004:2004 - Resíduos Sólidos são compostos nos estados sólido e semissólido que resultam de atividades de origem industrial, doméstica, hospitalar, comercial, agrícola, de serviços e de varrição. Ficam incluídos nesta definição os particulados provenientes de processos industriais, gerados em equipamentos e instalações de controle de poluição, ou que exijam solução técnica economicamente viável, em face à melhor tecnologia disponível. A legislação brasileira atual para processos petroquímicos, unidade de craqueamento catalítico, descrita na resolução CONAMA 382/2006 - Anexo VI, estabelece o limite máximo de emissão de particulados em 75 mg/Nm³ ao qual se aplica este estudo.

Os equipamentos atuais de controle de poluição do ar permitem que a filtração de material particulado atinja até 99,9% de eficiência em filtros cartuchos, utilizando-se de não tecidos inseridos em coletores mecânicos inerciais e

gravitacionais. Assim, o sucesso do projeto e da operação depende de uma interação entre quatro variáveis: a queda de pressão, a velocidade de filtração, o meio filtrante e a técnica de limpeza empregada (STEFFENS; COURY, 2007).

Os cartuchos plissados têm sido largamente utilizados para a captação de particulados com diâmetros aerodinâmicos entre 0,1 a 10 µm. São usados no combate à poluição atmosférica originada dos mais diversos processos industriais e de extração, tais como: mineração, carvão, cimenteiras, cerâmicas, madeireiras, siderurgias e petroquímicas. Os principais motivos para a aplicação de cartuchos em filtros industriais são: (1) o custo relativamente baixo de implantação, (2) a recuperação de filtros subdimensionados, (3) a facilidade de operação e (4) a alta eficiência na captura de particulados (KOMATSU; ASSUNÇÃO, 2004).

Os filtros cartuchos são construídos, normalmente, de celulose ou de não tecido de poliéster, devido às particularidades e facilidades destes materiais no processo de confecção, principalmente devido ao seu baixo custo. A desvantagem para estes dois tipos de materiais é a baixa temperatura de operação, limitada em 82°C para a celulose e 150°C para o poliéster. Para estes materiais é utilizada uma resina de poliuretano, como adesivo de fixação do meio filtrante com as partes metálicas do cartucho (DIAS, 2006).

Neste estudo foi utilizado não tecido de poliimida como têxtil filtrante em cartuchos, devido à maior resistência térmica nos processos industriais, possibilitando o reaproveitamento de energia em escalas superiores de produção, até 240°C, substituindo cartuchos de poliéster em planta petroquímica de polietileno.

O propósito desta pesquisa foi o desenvolvimento de filtro cartucho plissado de poliimida, usando resina epoxídica diglicidil éter de disfenol-A (DGEBA) e novo agente de cura misto (poliaminoamida:amina, 9:1), para adesão do não tecido nas extremidades metálicas do cartucho. Consistiu em um experimento inédito, pois usualmente a base de fixação em cartucho é feita com poliuretano, que suporta até 150°C. A escolha pela resina epóxi foi devida as suas características químicas e físicas diferenciadas, as quais permitem sua utilização em diversos materiais, apresentado boa adesividade e baixo custo. Partiu-se, então, da necessidade industrial que os materiais do filtro resistiriam até 240°C, durante o período de um ano de aplicação para filtração de particulados de polietileno, obedecendo aos limites máximos de emissão de particulados recomendados pela legislação.

Procurou-se trabalhar com o máximo possível de variáveis do ambiente de filtração em escala laboratorial e observar os efeitos no não tecido e na resina epóxi. As principais condições levadas em consideração foram: temperatura do sistema de filtração até 240°C; influência da umidade na resina epóxi; teor e tamanho dos particulados; velocidade do fluxo de filtração; controle de pressão diferencial do filtro e emissão de particulados.

O teste industrial de protótipo piloto do cartucho foi realizado durante dois anos em planta de polietileno na petroquímica DAK Américas, unidade de Zarate na Argentina, substituindo os cartuchos de poliéster anteriormente existentes no filtro. Avaliou-se as condições de controle do sistema de filtração de particulados para temperatura, emissão e pressão diferencial.

2. OBJETIVOS

2.1. Objetivo Geral

O objetivo geral da pesquisa consistiu no desenvolvimento de filtro cartucho de não tecido feito de poliimida para uso em altas temperaturas, preparado com resina epóxi DGEBA e novo agente de cura misto (poliaminoamida:amina, 9:1), para adesão do têxtil nas extremidades metálicas do cartucho.

2.2. Objetivos Específicos

- Avaliar as principais propriedades físicas e mecânicas do não tecido de poliimida para filtração de particulados em altas temperaturas;
- Avaliar a reticulação entre a resina epóxi DGEBA e o novo agente de cura e definir a formulação ideal entre os compostos;
- Avaliar a resistência mecânica da resina epóxi DGEBA curada em relação às interações com a água e em condições térmicas até 240°C, observando a degradação e formação de micro trincas no polímero termorrígido;
- Avaliar o filtro cartucho de poliimida em escala laboratorial em relação às principais variáveis do ambiente de filtração: velocidade de filtração, perda de carga residual e emissão de particulados;
- Avaliar o tempo de vida útil do filtro cartucho de poliimida em escala industrial, obedecendo aos limites máximos de emissão de particulados recomendados pela legislação brasileira.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

A seguir apresenta-se uma breve descrição dos conceitos relacionados aos elementos que compõem o presente trabalho de pesquisa. Inicialmente faz-se uma descrição de filtração de particulados, filtro cartucho, legislação, tecidos filtrantes e por fim sobre resina epóxi.

3.1. Equipamentos Industriais

Atualmente existem diversos equipamentos industriais que são destinados a efetuar a coleta e filtração dos materiais particulados, evitando que sejam liberados diretamente para a atmosfera sem tratamento adequado, os quais são apresentados no Quadro 3.1 com seus princípios de captura (SOUZA; CHAVES, 2004).

Equipamento Industrial	Principio de Captura
Ciclone	Ação por força centrífuga
Filtro de cartucho	Ação por impacto
Filtro de mangas	Ação por força de gravidade e impacto
Filtro eletrostático	Ação de ionização e atração eletrostática
Lavador centrífugo	Ação por força centrífuga e tangencial usando água
Lavador de gases	Ação por lavagem com água
Lavador tipo venturi	Ação por lavagem com água

Quadro 3.1 - Equipamentos	e captura	na filtração	de particulados	(SOUZA;	CHAVES, 2004).
---------------------------	-----------	--------------	-----------------	---------	----------------

Nesta revisão será descrito somente o filtro de cartucho por ser o foco deste trabalho.

3.2. Filtro de Cartucho

A captura de particulados de uma corrente gasosa por filtro de cartucho é um dos métodos mais comuns utilizados na limpeza de gases, por sua alta eficiência de captura e por ser insensível às flutuações nas condições de operação (LEUBNER; RIEBEL, 2004).

O filtro de cartucho é uma concepção mais moderna que substitui em um grande número de casos o filtro de mangas. Sua principal característica é a elevada área filtrante disponível em cada cartucho plissado, que torna o equipamento muito mais compacto, permitindo instalá-lo próximo às fontes geradoras e tornando-o ideal para aplicações em locais com espaço reduzido. Os cartuchos são montados em vasos de pressão de diversos tamanhos e matérias-primas, usualmente destinados a separar material particulado, em processos de purificação de fluidos em geral (DIAS, 2008). O filtro de cartucho teve sua primeira importação na década de 1950, ficando bem conhecido a partir de 1970, quando começou a ser manufaturado pela empresa AMF do Brasil. Foi utilizado inicialmente com maior frequência pela indústria petroquímica, farmacêutica e de bebidas (DIAS, 2006).

O gás sujo que entra pelo coletor na parte inferior do corpo do filtro é dirigido para a moega, onde o particulado mais pesado é separado em rosca transportadora (Figura 3.1). O material menos denso é carregado junto com o gás para a parte intermediária do filtro, sendo forçado a passar através dos cartuchos filtrantes, onde o particulado é coletado. O gás limpo é, então, conduzido à parte superior do filtro e, em seguida, ao exaustor e à chaminé de descarga na atmosfera (TOMAZZONI, 2007).



Figura 3.1 - Sistema de despoeiramento (Adaptado de TOMAZZONI, 2007).

A estrutura do filtro de cartucho é composta de uma carcaça metálica para operação contínua e limpeza automática dos cartuchos (Figura 3.2). O sistema de limpeza é composto por reservatório de ar comprimido, posicionada do lado externo, que funciona como um pulmão conectado às válvulas diafragma com solenóide (KASPER; REMBOR, 1996).



Figura 3.2 - Filtro de cartucho (Adaptado de VENTEC, 2008).

O conjunto de limpeza é completado por tubos com furos alinhado no centro de cada cartucho, devidamente conectado a uma válvula diafragma com solenoide. O ar comprimido proveniente da câmara de acumulação é liberado pelas válvulas, com comando efetuado por programador eletrônico, de forma sequencial em cada uma das filas. Isso provocará em cada cartucho uma onda de choque com consequente expansão nas plissas, provocando a desagregação do material particulado acumulado em sua superfície externa, o qual naturalmente irá ser depositado na moega de recolhimento, sendo transportado por válvula rotativa (KOMATSU; ASSUNÇÃO, 2004).

3.2.1. Cartucho

O cartucho é um filtro com um elemento filtrante que deixa passar ou que barra determinado produto, elemento ou energia de acordo com o uso físico que se dá a este. Em mecânica e hidráulica - um filtro é qualquer peça de material poroso (papel, cerâmica, tela, têxtil), que tenha pequenos orifícios, através dos quais se faz passar um líquido ou gás. No processo de filtração de gases são retiradas partículas sólidas dispersas do meio gasoso. (DICKENSON, 1994).

O elemento filtrante tipo cartucho é um material poroso permeável que pode ter diversas dimensões. Geralmente são cilíndricos, bobinados, plissados, sinterizados, fundidos e lenticulares. São compostos de uma carcaça de metal onde se fixa o meio filtrante, um não tecido plissado, colado normalmente por uma resina na base inferior e tampão superior, ambos de metal (Figura 3.3). Os painéis são construídos em chapas de aço, com reforços para assegurar a rigidez do conjunto, bem como resistir a uma pressão de trabalho. Desta forma a construção fica vedada a intempéries e ao pó, mesmo sob as mais severas condições de filtração. Normalmente o cartucho é fixado no furo da chapa do espelho do filtro industrial (DIAS, 2008).



Figura 3.3 - Filtro cartucho plissado com estrutura metálica (DIAS, 2008).

Na maioria dos processos de filtração de particulados podem ser utilizados cartuchos plissados, proporcionando a conversão de filtros de mangas antigos de baixa performance. O aumento da área filtrante nos cartuchos reduz a relação arpano na filtração, ou seja, diminui a velocidade de filtração, melhorando o desempenho da filtração de particulados (RENNER TEXTIL, 2009). Por conta disso, melhora a distribuição dos gases na filtração, pois os filtros cartuchos ocupam menores volumes comparados a filtros de mangas. Esta alteração de elemento filtrante proporciona uma maior precipitação de particulados na moega e só parte do pó seguirá junto com os gases para os cartuchos (DICKENSON, 1994).

3.2.2. Filtração de Particulados

A filtração de gás-sólido por cartucho é feita de fora para dentro, com sentido radial, isto é, o fluido tem que atravessar a parede porosa do meio filtrante, que irá reter as partículas maiores que o tamanho dos poros (Figura 3.4). Uma vez formada uma camada uniforme de material particulado sobre os cartuchos, estes são removidos por um sistema de limpeza por jato de ar comprimido no sentido contrário ao da filtração. O pulso de ar comprimido é proporcionado em uma válvula diafragma pilotada por solenóide e controlada por um programador eletrônico, que poderá ser acionado por tempo ou por diferença de pressão no interior do filtro (LO et al., 2010).



Figura 3.4 - Filtração de particulados (Adaptado de DIAS, 2008).

Com características de retenção de partículas extremamente finas, com dimensão entre 0,1 a 10 µm e eficiência de 99,9%, o cartucho é aplicado como pósfiltro, filtro de segurança, purificação de resinas e filtro de adsorção - aplicações às quais exigem que o equipamento apresente alta eficiência de retenção de particulados. Sua aplicação está em qualquer processo ou sistema que necessitem de clarificação, polimento, proteção de equipamentos, esterilização e padronização do fluido a ser filtrado (KOMATSU; ASSUNÇÃO, 2004).

A filtração de gases a altas temperaturas opera em velocidades superficiais entre 1 e 10 cm/s, com quedas de pressão aceitáveis para os meio filtrantes menores do que 1000 Pa. Velocidades maiores de 10 cm/s são desejáveis, mas podem implicar no aumento excessivo na queda de pressão, além de poder causar uma penetração de partículas na estrutura do têxtil, com o progressivo entupimento dos poros e diminuição da vida útil do elemento filtrante (FREITAS et al., 2006).

A filtragem por cartucho pode ser classificada em duas grandes categorias, com base no mecanismo de retenção de particulados. Inicialmente, partículas entram em contato com a superfície do meio filtrante, podendo penetrar na estrutura do filtro. A retenção que ocorre dentro do meio filtrante é denominada de filtração em profundidade, em que o meio filtrante é responsável pela captura das partículas (Figura 3.5-a). Após um intervalo de tempo, ocorre a formação de uma camada de pó (Figura 3.5-b), que passa a ser a responsável pela captura das partículas. Este tipo de retenção é conhecido como filtração superficial. A maioria das filtrações é realizada por essa camada de pó, denominada de torta de filtração, que é formada sobre a superfície do não tecido do filtro (SONG; PARK; LEE, 2006).



Figura 3.5 - Micrografia de retenção de particulados em profundidade. (a) Aumento de 500 vezes (SONG; PARK; LEE, 2006); (b) Aumento de 2000 vezes (THOMAS et al., 2001).

3.2.3. Perda de Carga

A perda de carga é uma importante variável de projeto, que descreve a resistência que enfrenta o fluxo de gás ao passar pelo filtro. É determinada pela diferença de pressão entre dois pontos do filtro, medido na entrada e na saída, após ser filtrado pelo meio filtrante (LO et al., 2010). O aumento da perda de carga do sistema ocorre à proporção que as partículas são depositadas, determinando a frequência de limpeza no filtro cartucho (RODRIGUES, 2006). O tempo de saturação do não tecido depende da permeabilidade do têxtil, do tamanho das partículas e da velocidade de filtração (CALLÉ et al., 2002; SALEEM; KRAMMER, 2007).

Nos filtros coletores de pó a perda de carga do meio filtrante limpo apresenta um comportamento não linear com o tempo. Esse comportamento é resultante da compressibilidade da torta, com valores entre 60 a 200 Pa e a pressão máxima de operação tende a linearizar após a formação da torta entre 500 a 2500 Pa, conforme mostra a Figura 3.6 (FREITAS, 2003; MELLO, 2007). O aumento da espessura da torta resulta em um acréscimo da perda de carga do sistema, tornando necessária à limpeza periódica do filtro para remover os particulados e manter a perda de carga em níveis adequados de operação (ROCHA, 2010).



Figura 3.6 - Perda de carga e ciclos de filtração (Adaptado de FREITAS, 2003).

O grau de regeneração nos dá uma ideia do momento em que o processo de filtração/limpeza alcança o estado estacionário, sendo bastante útil na comparação entre elementos filtrantes distintos (FREITAS, 2003). Para avaliar o grau de regeneração (R) do meio filtrante, quanto as suas características iniciais, reportam a Equação 3.1.

$$R(\%) = \frac{\Delta P_{max} - \Delta P_r}{\Delta P_{max} - \Delta P_o} \times 100$$
(3.1)

Onde: ΔP_o é a queda de pressão do filtro virgem, ΔP_{max} é a queda de pressão máxima antes da limpeza e ΔP_r é a queda de pressão residual sem a torta de pó.

Existem diferentes equações para descrever a queda de pressão durante a filtração. Uma delas é a aproximação cumulativa, onde se divide a queda de pressão total no filtro em duas partes: a queda de pressão no meio filtrante limpo e a queda de pressão devido à torta de filtração condicionada (ΔP_c). Desta maneira, tem-se a Equação 3.2.

$$\Delta P_T = \Delta P_o + \Delta P_c \tag{3.2}$$

A lei de Darcy pode ser usada para descrever a queda de pressão através de um meio filtrante e da torta condicionada, quando a filtração é conduzida a baixos valores de número de Reynolds. Desta maneira, a Equação 3.3 é então denominada equação da filtração:

$$\Delta P_T = K_m \cdot v + K_c \cdot v \cdot W \tag{3.3}$$

Onde:

 ΔP_T - queda pressão total no filtro;

 K_m - resistência específica do meio filtrante;

K_c - resistência específica da torta condicionada;

v - velocidade superficial de escoamento do fluído;

W - massa de pó depositada por unidade de área.

A velocidade superficial é um parâmetro importante que deve ser analisado em filtração de gases, pois afeta praticamente todos os outros parâmetros do processo de filtração. Está diretamente relacionada com o tempo de filtração e com a profundidade que as partículas penetram no meio filtrante e consequentemente com a limpeza e com o desgaste do meio filtrante (BARROS, 2010).

3.2.4. Ciclos de Filtração e Limpeza

São necessários, no mínimo, 100 ciclos de filtração para chegar ao comportamento estável de pressão, mas pode chegar a 1000 ciclos de filtração, dependendo da carga de pó (VDI 3926, 2003). As alterações nos ciclos podem ser notadas em um período de 5 a 10 segundos (AGUIAR et al., 2008).

A limpeza é uma das questões mais importantes na operação de filtros de não tecidos, pois a limpeza inadequada ocasiona o acréscimo da queda de pressão residual (ΔP_r). Entretanto, uma limpeza muito vigorosa pode danificar o filtro, reduzindo o tempo de vida útil do mesmo (LORA, 2002). Quando a remoção da torta acontece em bloco, diz-se que a regeneração do meio filtrante foi incompleta, ou seja, sobraram pedaços de torta na superfície do meio filtrante. Se esse fenômeno ocorrer, quando a filtração for retomada, ocorre à formação de fendas na torta e redução do ciclo de filtração. Nesse caso, a curva de queda de pressão em função do tempo se torna convexa para um ciclo real. Esse fenômeno reduz a área efetiva de filtração. Em caso de fluxo de volume constante, a velocidade de filtração aumenta nas áreas regeneradas do meio filtrante (ROCHA, 2010).

3.2.5. Permeabilidade

A permeabilidade é uma medida macroscópica que indica a maior ou menor facilidade com que um fluído submetido a um gradiente de pressão percola os vazios em um meio poroso. Portanto, uma adequada descrição de permeabilidade deve combinar aspectos do fluído, da estrutura porosa e do escoamento (FREITAS; MANEIRO; COURY, 2003). O escoamento do fluído gera uma perda de energia, refletida na forma de queda de pressão ao longo do meio poroso. A permeabilidade pode ser determinada na Equação 3.4, conhecida como equação de Forchheimer para fluídos compressíveis, onde a queda de pressão descreve uma dependência não linear com a velocidade do fluído (INNOCENTINI, 1997).

$$\frac{\Delta P}{L} = \frac{\mu \cdot v}{K_1} + \frac{\rho \cdot v^2}{K_2}$$
(3.4)

Sendo ΔP a variação de pressão absoluta antes e depois do filtro, $\mu e \rho$, a viscosidade e a densidade do fluido, *L*, a espessura do meio filtrante e v a velocidade superficial de escoamento do fluído. Os parâmetros *K*₁ e *K*₂ são as permeabilidades darciana e não darciana. O primeiro termo da Equação (3.4) representa a contribuição das forças viscosas sobre a queda de pressão, causada pelo atrito entre as moléculas do fluído e pelo atrito entre o fluído e o meio poroso. O segundo termo representa as forças inerciais, causadas pela turbulência do fluído escoante e/ou pela tortuosidade do meio filtrante poroso.

A permeabilidade é um dos principais parâmetros de controles em aplicações envolvendo a filtração, pois esta propriedade é reduzida pelo depósito de pó residual. Isso leva a uma variação nos valores entre a permeabilidade do não tecido limpo e depois de usado, que é refletida na forma de queda de pressão ao longo do meio poroso (FREITAS et al., 2002). Idealmente, o filtro deveria remover o máximo de impurezas com a mínima resistência ao fluído de arraste. Nas aplicações com não tecidos, baixas permeabilidades implicam em baixas taxas de filtração, o que não é economicamente vantajoso para o processo (INNOCENTINI et al., 2009; MOREIRA; COURY, 2004).

3.3. Material Particulado

Particulados ou material particulado (MP) são partículas muito finas de sólidos ou líquidos, suspensos em um gás, variando em forma, composição química e tamanho, normalmente, entre 10 nm a 100 µm em diâmetro aerodinâmico (BAIRD, 2002).

A Agência de Proteção Ambiental *Environmental Protection Agency* (EPA) implementou em 1995, nos Estados Unidos, o programa *Environmental Technology Verification* (ETV), para gerar dados independentes e confiáveis de novas tecnologias de controle industrial de filtração. Foi adotado um aparelho de testes com base na norma VDI 3926, para medir o desempenho dos meios filtrantes na remoção de partículas finas, MP_{2,5} (até diâmetro de 2,5 μm), juntamente com queda de pressão para produtos comercias prontos (TRENHOLM et al., 2008).

3.3.1. Propriedades das Partículas

O MP é classificado pelo diâmetro aerodinâmico médio das partículas. As partículas inaláveis grossas (MP_{2,5-10}) são as que possuem o diâmetro médio no intervalo de 2,5 a 10 μ m e as partículas finas ou respiráveis (MP_{2,5}) são as inferiores a 2,5 μ m. Recentemente nova subdivisão considera o MP inferior a 2,5 μ m como partículas *quasi-ultrafinas* (MP_{0,25}) e ultrafinas (MP_{0,1}) (MINGUILLÓN et al., 2008).

A determinação do tamanho da partícula deve ser precedida da definição do parâmetro que será utilizado para tal, e, de como serão apresenta dos os dados da distribuição. A escolha dos parâmetros que representam o tamanho de partícula depende do formato dela. O tamanho de uma partícula esférica homogênea é definido unicamente por seu diâmetro aerodinâmico, ao passo que uma partícula cúbica, o único parâmetro necessário é a dimensão da aresta (ALLEN, 1997).

O tamanho dos particulados isoladamente não é de grande interesse, pois a faixa granulométrica de uma corrente gasosa a ser limpa é bastante variável. Desta forma, a distribuição granulométrica do material particulado é de grande importância na análise, obtida pela técnica de peneiramento, pois permite ter a noção imediata dos particulados finos (ROCHA, 2010). É possível observar as partículas por meio da técnica de microscopia eletrônica de varredura, para medir o diâmetro de cada partícula individualmente e, ao dividi-lo pelo número total de partículas, obtêm-se o

diâmetro médio, ou seja, um único número que representa o tamanho de partícula (AZEVEDO, 2009).

As menores partículas da distribuição controlam muitos aspectos dos ciclos de filtração, pois são elas que penetram no não tecido no início da filtração e formam a torta de filtração subsequente (WAKEMAN, 2007). As partículas de maiores diâmetros efetuam um recobrimento menos eficiente das fibras, resultando em menor queda de pressão (AGUIAR et al., 2008).

3.3.2. Mecanismo de Captura

A dinâmica para a coleta e deposição das partículas nas fibras é fortemente ligada ao mecanismo de captura, que estão ilustrados na Figura 3.7.



Figura 3.7 - Mecanismos de captura de particulados (Adaptado de TANABE, 2008).

A sedimentação gravitacional é um mecanismo aplicável para partículas grossas com diâmetro acima de 10 µm e com baixas velocidades de gás. A eficiência depende da direção do fluxo, ou seja, a coleta é maior quando o fluxo ocorre de cima para baixo com acúmulo na superfície do filtro (FRISING et al., 2003). A impactação inercial representa o principal mecanismo de captura para filtro

cartucho, que ocorre devido à inércia dos particulados. Quando as partículas não conseguem seguir o fluxo do gás, acabam se chocando com as fibras e aderindo ao filtro, principalmente para particulados de diâmetros maiores que 0,5 µm. Quanto maior a energia cinética das partículas, maior a eficiência de captura (DULLIEN, 1989). A captura por interceptação direta depende do tamanho da partícula, sendo coletada guando se aproxima da fibra a uma distância igual do seu raio. Acontece especialmente quando se trabalha com partículas maiores que 1 µm (BARROS, 2010). A difusão é o mecanismo de coleta que apresenta importância para partículas de diâmetros abaixo de 0,4 µm. As partículas menores em função da sua energia térmica estão em constante movimento aleatório, similar ao que ocorre com as moléculas dos gases, "movimento browniano", o gual é diretamente proporcional à temperatura e inversamente proporcional à velocidade da partícula e ao seu diâmetro da partícula (DONOVAN, 1985; MELLO, 2007). A atração elétrica entre a partícula e a fibra coletora poderá ocorrer pela presença de cargas na partícula ou pode ser induzida por um campo elétrico. O mecanismo por campo é predominante para partículas com diâmetro acima de 1 µm (AGUIAR et al., 2008).

Normalmente, para a captura de particulados por filtros cartuchos a concentração de pó no fluxo gasoso fica entre 0,1 a 100 g/m³ e a massa de pó depositada por unidade de área de tecido com 200 a 2000 g/m² (MATTESON, 1987).

O aumento da temperatura provoca modificações nas propriedades dos gases (densidade e viscosidade) e na estrutura das fibras (dilatação e encolhimento), afetando a permeabilidade do meio filtrante e alterando a eficiência de coleta dos particulados (INNOCENTINI, 1997). No Quadro 3.2 são apresentados os efeitos sobre os principais mecanismos de coleta para um filtro cartucho, em condições de temperatura e pressão elevadas (FREITAS, 2003).

Mecanismo	Efeito da Temperatura Elevada	Efeito da Pressão Elevada	Efeito Combinado
Interceptação Direta	Nenhum	Nenhum	Nenhum
Impactação Inercial	Significativamente adverso	Ligeiramente adverso	Adverso
Difusão	Modestamente favorável	Nenhum	Modestamente favorável

Quadro 3.2 - Efeito da temperatura e pressão para diferentes mecanismos (FREITAS, 2003).

A ANOVA é um método eficaz para identificar diferenças entre as médias experimentais de grupos, devido às várias causas atuando simultaneamente, para determinar se existe um efeito de tratamento entre grupos. A avaliação é alcançada por meio de análise das variâncias. Assim, através da ANOVA é possível determinar quais fatores tem efeitos relevantes na resposta e, também, como o efeito de um fator varia com os níveis de estudo dos outros fatores (BARROS NETO; SCARMINIO; BRUNS, 2003).

3.3.3. Legislação

A legislação aplicável a este estudo é variada e tem origem nos níveis federal, estadual e municipal. Deste modo, é apresentada a normatização relacionada às emissões atmosféricas, focada nas concentrações de material particulado em ambientes industriais, considerando que a poluição deve ser controlada na fonte, seja por meio de equipamentos de controle do tipo "fim de tubo", seja utilizando processos menos poluidores, em razão do Princípio de Prevenção à Poluição.

A aplicação industrial de filtro cartucho em planta petroquímica de polietileno, objetivo específico deste estudo, é classificada pela resolução CONAMA nº 382, de 26 de dezembro de 2006, que estabelece os limites máximos de emissão de poluentes atmosféricos para fontes fixas. O anexo VI desta resolução - processos de refinarias de petróleo, unidades de processo que usam calor, pressão em correntes de hidrocarbonetos, discriminado pelo tipo de fonte, limita a emissão de material particulado em 75 mg/Nm³, em base seca e corrigido a 8% de oxigênio. A conversão da concentração medida para a condição referencial de oxigênio é apresentada na Equação 3.5, não sendo aplicável quando ocorrer injeção de oxigênio puro no processo.

$$C_{R} = \frac{21 - O_{R}}{21 - O_{M}} \times C_{M}$$
(3.5)

Onde:

C_R - concentração do poluente corrigida para a condição desta resolução;

O_R - percentagem de oxigênio de referência, conforme esta resolução, estabelecida para cada fonte fixa de emissão;

 O_M - percentagem de oxigênio medido durante a amostragem;

 C_M - concentração do poluente determinada na amostra.

De acordo com especialistas, o tipo de poluição limitada pelo CONAMA afeta a todos igualmente, pois provoca danos à saúde mesmo as pessoas que residem distante das regiões industriais. Porém, no sentido de periculosidade as partículas finas (MP_{2,5}) ou respiráveis são as que requerem o maior controle, sendo que quanto menores os particulados maiores os efeitos provocados à saúde.

3.4. Meios Filtrantes

O meio filtrante mais utilizado para sistemas de particulados é um não tecido permeável também conhecido por feltro, que tem como função reter as partículas sólidas no início da operação, deixando passar o gás filtrado. O não tecido é um têxtil com distribuição aleatória das fibras, ou seja, sem um entrelaçamento ordenado e homogêneo dos fios, como mostrado na Figura 3.8-a. Com características diferentes de um tecido trançado, Figura 3.8-b, em que o conjunto de fios faz um ângulo próximo de 90°, em forma de lâmina flexível (MORONI, 2005).



Figura 3.8 - (a) Micrografia de não tecido; (b) Micrografia de tecido (FEITOR, 2010).

Os tecidos trançados são geralmente utilizados em sistemas de filtração que operam com baixas vazões de ar e que utilizam limpeza por fluxo de ar reverso ou vibração mecânica (RODRIGUES, 2004). Nas aplicações que utilizam limpeza por pulso de ar, o uso de tecidos trançados é usualmente restrito, devido ao desgaste acentuado do tecido causado pelos pulsos de alto fluxo de gás (AZEVEDO, 2009).

Os não tecidos, conhecidos por feltros, são mais apropriados para filtros com sistema de limpeza por jato pulsante, devido à alta energia para limpeza e alto fluxo de gás (TANABE, 2008). No processo de formação da torta, a limpeza em tecidos trançados pode eliminar completamente a camada superficial da torta, o que diminui a eficiência da filtração. Este problema é mais difícil de ocorrer em não tecidos, pois
após a limpeza, grandes quantidades de partículas ficam retidas no seu interior, aumentado à eficiência de captura (THEODORE; BUONICORE, 1988).

A eficiência de coleta de um não tecido aumenta com o decréscimo do diâmetro das fibras (CLARK, 2001). A eficiência de filtração de particulados usando têxteis normalmente fica próxima a 99,9%, vinculada à abertura dos poros do tecido coletor, que deve ser entre 20 a 50 µm, para captura de particulados com diâmetros menores de 0,5 µm com alta eficiência (THEODORE; BUONICORE, 1988; MELLO, 2007). Qian e Wang (2009) simularam a filtração de gases em não tecidos, por fluidodinâmica computacional, para avaliar os parâmetros de geometria e das condições de funcionamento da filtração. Concluíram que a maior eficiência de filtração é conseguida com uma distância das fibras entre 3,8 a 4,0 vezes o diâmetro da filtra no meio filtrante, mantendo uma queda de pressão aceitável.

3.4.1. Fabricação de Não tecidos

A fabricação de não tecidos se inicia pela formação da manta, constituída por uma ou mais camadas de véus. Estes véus são obtidos por processos de cardagem, fluxo de ar, deposição eletrostática, suspensão em meio líquido ou fiação direta de filamentos contínuos. Em seguida, a manta é consolidada por processos químicos, utilizando resina, secagem e polimerização; por meios mecânicos, usando agulhas que entrelaçam as fibras/filamentos, costuras; ou físicos, utilizando calor e pressão. Pelo próprio processo de produção, os não tecidos exibem muito mais poros por unidade de área que os tecidos trançados (HARDMANN, 2001). A Figura 3.9 mostra a fabricação de não tecido por cardagem e consolidada por meios mecânicos, utilizando a fibra como matéria-prima inicial no processo.



Figura 3.9 - Fabricação de não tecido por cardagem e meios mecânicos (Adaptado de RENNER TÊXTIL, 2009).

Após a obtenção do não tecido agulhado o material passa por um tratamento térmico em secador Rama, para padronizar dimensionalmente e dar acabamento ao produto final, conforme mostrado na Figura 3.10 (CERON; EINLOFT; SEFERIN, 2010).



Figura 3.10 - Tratamento térmico em Rama (CERON; EINLOFT; SEFERIN, 2010).

Conforme Donovan (1985), a fabricação dos feltros poliméricos é feita conforme o processo de manufatura da rede inicial que constitui o têxtil, chamada de véu, classificada em três categorias distintas:

 a) <u>Processo a seco</u>: o véu é formado por um processo de cardagem, que separa, alinha e libera as fibras como uma rede para posterior etapa de ligação.

 b) <u>Processo a úmido</u>: as fibras são dispersas em meio líquido e alimentadas em uma esteira aquecida que seca as fibras.

c) <u>Processo de ligação das fibras</u>: processo que difere dos outros dois anteriores, pois envolve desde a produção do polímero até a finalização do têxtil em si. O produto de entrada é o polímero fundido, que é extrudado e em seguida, as fibras formadas são orientadas durante a queda em uma esteira. A seguir, a rede formada passa pela etapa de ligação, que pode ser química, térmica ou por pressão.

A técnica de agulhagem usada na produção de não tecidos é um método mecânico de perfuração e padronização, onde a manta fibrosa já formada é introduzida em máquina equipada com agulhas farpadas para reordenar as fibras, criando a ligação mecânica entre as fibras pela matriz trançada (CLARK, 2001). A agulhagem é geralmente usada para produzir feltros com alta densidade e também combinar duas ou mais camadas de fibras pelo entrelaçamento. Quando a densidade de perfuração é aumentada durante o processo, um dos resultados é um aumento na densidade do têxtil, que promove um aumento na eficiência de filtração (BAKER, 2001).

3.4.2. Fibras

Os meios porosos podem ser classificados em função da sua estrutura geométrica como granulares ou fibrosos. Os granulares são usualmente modelados como um conjunto de partículas ou grãos, de forma esférica ou não, dispostas regular ou randomicamente, e representam a grande maioria dos meios porosos. Já os fibrosos são modelados como conjuntos de inclusões muito longas, chamadas fibras, que podem ser naturais ou sintéticas, retas ou curvas, estando randomicamente dispostas ou em malhas regulares (LISBOA, 2001).

Atualmente, as fibras sintéticas são mais utilizadas que as fibras naturais como elemento filtrante. Isto se deve ao seu baixo custo, maior resistência química e mecânica, menor diâmetro e a possibilidade de variar a forma da fibra. As fibras sintéticas mais usadas incluem acetatos, acrílicos, poliamidas, poliésteres, polipropileno entre outros materiais (RODRIGUES, 2004). A Tabela 3.1 apresenta as principais fibras usadas como meio filtrantes e suas principais propriedades.

FIBRA	RESISTÊNCIA À TENSÃO	RESISTÊNCIA À ABRASÃO	g/cm ³	⁰C MÁXIMA	ÁCIDOS	BASE	SOLVENTE ORGÂNICO
Celulose	Baixa	-	1,50	82	Baixa	Média	Alta
Algodão	Alta	Média	1,50	100	Baixa	Média	Alta
Polipropileno	Ótima	Boa	0,90	90	Ótima	Ótima	Alta
Acrilonitrila Copolímero	Média	Média	1,16	115	Média	Média	Alta
Acrilonitrila Homopolímero	Média	Média	1,17	125	Alta	Média	Alta
Poliéster	Ótima	Ótima	1,38	150	Alta	Média	Alta
Poliamida Alifática	Ótima	Ótima	1,14	104	Média	Alta	Alta
Poliamida Aromática	Boa	Ótima	1,37	200	Baixa	Média	Ótima
Polifenilsulfeto	Воа	Ótima	1,38	190	Alta	Alta	Ótima
Poliimida Aromática	Boa	Boa	1,41	240	Ótima	Ótima	Boa
Teflon	Воа	Média	2,30	260	Ótima	Ótima	Ótima
Vidro	Ótima	Baixa	2,54	260	Alta	Baixa	Alta

Tabela 3.1 - Fibras utilizadas como meio filtrantes e suas propriedades (DONOVAN, 1985).

A seleção adequada das fibras a serem utilizadas como meio filtrante depende da compatibilidade destes com o material particulado a ser coletado e das características e aplicações de cada processo de filtração, que abrangem a temperatura, a abrasão, a energia de absorção, as propriedades de filtração, a resistência a álcalis, a ácidos, a oxigênio e o custo relativo do material (BARNETT, 2000; TIENI, 2005).

A resistência, a estabilidade e a flexibilidade são parâmetros importantes na determinação da capacidade da fibra em resistir ao desgaste causado pela abrasão e temperatura (BARROS, 2010). O aumento da temperatura provoca mudanças físicas nas fibras, como alongamento e retração. Estas modificações próximas do limite térmico da fibra podem ter uma alteração dimensional máxima de 1% em meios filtrantes para filtros cartucho, pois acima deste valor altera a capacidade de filtração (AKCELRUD, 2007; MELLO, 2007).

3.4.3. Poliimida

As poliimidas (PI) representam uma importante classe de fibra, por apresentarem vantagens como: excelente estabilidade térmica, resistência a solventes, boa resistência mecânica, boa tenacidade, excelente estabilidade dimensional, baixo coeficiente de atrito, baixa emissão de gases e resistência à fluência e ao desgaste (NOHARA et al., 2005). As PI possibilitam o uso como matriz polimérica em compósitos reforçados com fibras e mais recentemente, como um material formador de interfase em compósitos (BARBARINI, 2010; NOHARA et al., 2004). As PI têm sido muito utilizadas como adesivos, filmes, recobrimentos e membranas em aplicações de ambientes agressivos nas indústrias eletrônica, automotiva e aeroespacial (PALINI, 2011; NOHARA et al., 2003).

As poliimidas aromáticas de alto desempenho podem ser preparadas por uma variedade de rotas sintéticas. A Figura 3.11 ilustra a rota sintética mais utilizada, que consiste de um procedimento em duas etapas: 1) A produção do poli(ácido âmico), PAA, utilizando-se um dianidrido aromático e uma diamina aromática em solventes polares apróticos, tais como n-metil-pirrolidona (NMP), dimetil acetamida (DMAc) ou dimetil formamida (DMF) e 2) A conversão do PAA em poliimida aromática ocorre pela reação de condensação (desidratação do PAA), chamada de imidização (BARBARINI, 2010; NOHARA et al., 2004).



Figura 3.11 - Reação de síntese da poliimida aromática (NOHARA et al., 2004).

As fibras de PI são classificadas como termorresistentes, devido a se comportarem satisfatoriamente sob a ação da chama, por ação prolongada do calor, bem como, na ação conjunta do calor e de determinados produtos durante longos tempos. Este comportamento é atribuído à estrutura química dos monômeros que compõem o polímero (GACÉN; GACÉN, 2003). A Figura 3.12 mostra um gráfico típico de análise termogravimétrica de PI, com identificação do começo da degradação do polímero a partir de 310°C (NOHARA et al., 2004).



Figura 3.12 - Exemplo de curva de TGA/DTG para PI (NOHARA et al., 2004).

3.5. Resina Epóxi

De uma maneira geral o termo epóxi está associado a uma estrutura química na qual um átomo de oxigênio está ligado a dois átomos de carbono, que de alguma maneira estão ligados entre si, apresentado na Figura 3.13. O radical *R* pode representar uma cadeia alifática, aromática ou cicloalifática (ALMEIDA, 2005).



Figura 3.13 - Monômero Epóxi (ALMEIDA, 2005).

As resinas epoxídicas estão entre os materiais mais versáteis da tecnologia de polímeros, devido as suas excelentes propriedades de resistência química, estabilidade térmica e boa adesão (CHIU et al., 2010; GARCIA; MIGUEZ; SOARES, 2005). Atualmente as resinas epóxis são aplicáveis em diversos processos distintos como colas, vernizes, eletrônicos e em novas aplicações sobre estruturas metálicas na área industrial (CHEN et al., 2008). Para aplicações especiais que solicitam alta durabilidade é comum à revisão dos parâmetros da formulação para atingir propriedades otimizadas (GARCIA; MIGUEZ; SOARES, 2002).

A resina epóxi à base de diglicidil éter de bisfenol-A, conhecida como DGEBA, escolhida para estudo neste trabalho é muito usada devido ao menor custo e maior versatilidade (LIU; CHANG, 2006; CHOUDHARY; JAIN; VARMA, 2003). Normalmente chamadas de epóxis epis-bis, devido à formação pela reação de epicloridrina e bisfenol A (Figura 3.14). A DGEBA é uma resina epóxi difuncional, líquida e de baixo peso molecular, mais comumente utilizada por apresentar boa fluidez, baixa retração durante a cura, fácil processamento e boa resistência física (BIAGINI et al., 2006).



EPICLORIDRINA

BISFENOL A

ESTRUTURA BÁSICA DA RESINA EPÓXI

Figura 3.14 - Rota sintética da resina epóxi DGEBA (LEITE, 2007).

3.5.1. Agente de Cura

Para o epóxi adquirir as propriedades de um termorrígido é necessária a incorporação de agentes de cura, para obter uma estrutura tridimensional estável, insolúvel e infusível (SHACKELFORD, 2008; LEE; DHARAN; RITCHIE, 2002). A

versatilidade da resina epóxi é atribuída à grande reatividade do anel epóxi, pois elevado número de agentes de cura podem ser usados, como poliaminoamida e amina, material de estudo desta tese, empregados na abertura do anel e na rápida reticulação da resina (JESUS, 2005; ROMÃO et al., 2003).

Os agentes de cura podem ser catalíticos ou coreativos. Os catalíticos funcionam como um iniciador para a homopolimerização da resina epóxi, enquanto que os coreativos atuam como um monômero no processo de polimerização (ALMEIDA, 2005). O anel epóxi é susceptível a ataque por reagentes químicos com diferentes estruturas. Entretanto, os grupos mais importantes de agentes de cura coreativos são os que possuem átomos de hidrogênios ativos, como os fenóis, álcoois, aminas primárias e secundárias (COSTA; REZENDE; PARDINI, 1999).

A velocidade da reação de uma amina com um epoxídico é influenciada por fatores estéricos e por grupos eletrodoadores ou eletroreceptores que circulam a amina. Quanto maiores forem os grupos que circulam a amina, menor será a velocidade de reação. Grupos eletroreceptores diminuem o carácter nucleofílico da amina e consequentemente reduzem a velocidade de reação (GIUGNO, 1997).

Na Figura 3.15 é mostrada a reação de uma resina epoxídica com uma amina. Como pode ser observada, esta amina possui dois hidrogênios ligados num mesmo nitrogênio (amina primária) e cada hidrogênio reage com um grupo epoxídico. Os grupos hidroxila gerados durante a reação, ou pela presença de impurezas e até mesmo de umidade, aceleram acentuadamente a reação entre DGEBA e amina. Porém, sempre os grupos hidroxila se caracterizam como catalisadores da reação e não como consumidores de grupos epóxi, isto quando a amina está em excesso ou em quantidades estequiométricas. (COSTA; REZENDE; PARDINI, 1999).





Entretanto, quando ocorre o excesso de epóxi, os grupos hidroxila secundários, formados gradualmente, reagirão com os grupos epóxi obtendo um éter como mostrado na Figura 3.16 (ALMEIDA, 2005; ROMÃO et al., 2004).



Figura 3.16 - Reação entre os grupos hidroxila e epóxi (ALMEIDA, 2005).

3.5.2. Cura

A cura ou reticulação de uma resina epóxi DGEBA é uma reação de polimerização complexa em que ocorrem ligações cruzadas entre o grupo epóxi e o agente de cura, ancorando uma as outras em cadeias longas, tornando estas resistentes a movimentos vibracionais ou rotacionais (ROMÃO et al., 2004; MAZALI, 2007). A resina epóxi DGEBA apresenta boa fluidez antes da cura permitindo fácil processamento na temperatura ambiente. Após a cura esta resina não sofre grande retração o que permite reproduzir com maior fidelidade a geometria do molde (D'ALMEIDA; MONTEIRO, 1998; MONTEIRO et al., 2006). As transformações de fase que ocorrem durante a cura de resinas termorrígidas são: indução, gelificação, vitrificação e cura completa (Figura 3.17).



Figura 3.17 - Estágios de cura de resina epóxi DGEBA (Adaptado de SHIGUE et al., 2006).

A indução é a fase inicial de mistura, na qual ocorre a difusão no estado líquido das moléculas de resina epóxi e agente de cura (SHIGUE et al., 2006). A gelificação é onde há o crescimento e ramificação das cadeias. O material passa de um estado líquido viscoso para o estado borrachoso e a viscosidade do sistema

cresce rapidamente, dando origem ao comportamento viscoelástico do fluído (CADENATO et al., 1997; COSTA; REZENDE; PARDINI, 1999). A rede reticulada que se forma tem propriedades elásticas não presentes nas moléculas de baixo peso molecular e nos pré-polímeros lineares ou ramificados. Neste estágio, o sistema passa de um líquido viscoso a um gel elástico, no ponto de gel (HONG; CHUNG, 1991; LANGE et al., 2000; LIONETTO et al., 2004). A vitrificação de um sistema termorrígido ocorre quando a sua temperatura de transição vítrea supera a temperatura da reação de cura. Apresenta uma estrutura rígida por causa da reticulação total das cadeias, devido ao aumento na densidade de emaranhamento depois da gelificação (ASSCHE et al., 1997; LIONETTO et al., 2004). A transição vítrea é observada quando as cadeias moleculares do polímero adquirem energia de fonte térmica, para superar as barreiras de energia necessárias à rotação de ligações. Desta forma, o material passa para o estado borrachoso, caracterizado pela mobilidade limitada, atingindo o equilíbrio termodinâmico (WETTON; MARSH; VAN-DE-VELDE, 1991). A cura no estado vítreo torna-se extremamente lenta e o processo guímico reativo é controlado difusionalmente (HOUNG; CHUNG, 1991).

As propriedades físicas da rede dependem da razão resina/agente de cura, do tempo e temperatura da cura. O aquecimento excessivo pode provocar alguma alteração no polímero, causando degradação ou falha no material (QUINTELLA et al., 2006; GONZÁLEZ; MIGUEZ; SOARES, 2005). O esquema da estrutura que ocorre em sistema epóxi após cura com amina, em quantidades estequiométricas, é ilustrado na Figura 3.18 (ALMEIDA, 2005).



Figura 3.18 - Esquema da estrutura para sistema epóxi após cura com amina (ALMEIDA, 2005).

As tensões mecânicas surgem de esforços que atuam na estrutura polimérica, como tração, compressão e cisalhamento. Portanto, o polímero epóxi deve resistir às exposições ao meio ambiente combinada com as deformações e tensões mecânicas que atuam nas estruturas moleculares do termorrígido (CUNHA; COSTA; REZENDE, 2006). O teste de tração fornece dados de tensão-deformação e módulo de elasticidade, que quantifica as propriedades mecânicas da resina epóxi DGEBA, diretamente relacionado aos percentuais da formulação com o agente de cura (PAIVA et al.,2006). A tensão de ruptura em um sistema epóxi curado varia de 40 até 90 MPa, enquanto que a deformação máxima na ruptura fica na faixa de 1% a 6%, com o módulo elástico variando entre 2,5 a 6,0 GPa (LEVY NETO; PARDINI, 2006).

O estudo da cura de resina epóxi pode ser realizado por DSC pelos métodos dinâmicos ou isotérmicos, porém o método dinâmico oferece resultados rápidos e aproximados da reação (COSTA; REZENDE; PARDINI, 1999). O monitoramento das bandas formadas na reação de cura é importante para estabelecer a relação estrutura-propriedade e otimizar as condições de uso do produto final (JIAWU; KUI; MONG, 2000). A espectroscopia no infravermelho (FTIR), nas regiões espectral 4000 a 400 cm⁻¹ têm sido utilizadas para avaliação de reações de cura em resinas epoxídica (BARTOLOMEO; CHAILAN; VERNET, 2001).

3.5.3. Degradação

A resina epóxi DGEBA tem sido usada extensivamente em várias áreas industriais e em muitas dessas aplicações expõem o epóxi as condições de umidade e elevadas temperaturas, pois pode ocorrer degradação do polímero (PAIVA et al., 2006; WANG et al., 2011). A degradação acentuada da resina epóxi pode reduzir o tempo de uso do cartucho, pois permite evoluir para trincas, gerando falhas de aderência do não tecido e proporcionando emissão de particulados.

Os mecanismos de degradação em resina epóxi DGEBA podem ser do tipo físico, mecânico, químico, associados às tensões e devido a fatores relacionados à técnica de processamento na fabricação (MERDAS et al., 2002). O efeito de envelhecimento pela ação da água e temperatura leva à plastificação do polímero (um efeito físico) e cisão da cadeia (um efeito químico), acompanhado pela degradação do agente de cura (DÉ NÈVE; SHANAHAN, 1993).

Quintella et al. (2006), estudaram as bandas de absorção que caracteriza a resina epóxi DGEBA por FTIR, estas sofreram diminuição de intensidade à medida que a temperatura de cura aumenta. Este efeito foi atribuído à degradação e carbonização dos constituintes químicos da resina a 180°C, atestado pelo enegrecimento da amostra em cor marrom intenso opaco. Os autores concluíram que a cura completa deve ser na faixa de 120 a 140°C por 5 a 10 horas, para viabilizar uma produção em alta escala.

As principais características térmicas dos polímeros epoxídicos são a pouca condução de calor, estabilidade térmica, mudança gradativa de cor e elevada temperatura de fusão. Essas propriedades são analisadas ao se colocar ou remover energia térmica, por técnicas de caracterização de termogravimetria e calorimetria diferencial de varredura (CALLISTER JR., 2008; PEREIRA et al., 2006).

3.5.4. Interações com Água

A degradação química pela presença de água é apontada como uma das principais causas de falha em matriz epoxídica exposta à atmosfera úmida ou em contato com meio aquoso (MERDAS et al., 2002). Os comportamentos de absorção de água nos materiais epóxis podem ser descritos pela lei de Fick, principalmente em ensaios de baixas temperaturas. Já em temperaturas mais altas o modelo é não Fickiano. A Figura 3.19 identifica um gráfico que segue o modelo de difusão de Fick, onde no início apresenta uma região linear que cresce gradativamente. Com o passar do tempo à curva alcança o nível de saturação, a qual se mantém constante no decorrer do tempo (PERREUX; SURI, 1997; ZHOU; LUCAS, 1995).



Figura 3.19 - Curva de absorção de água em epóxi (SOBRINHO, 2005).

As interações polares entre as moléculas de água e a resina têm grande influência na absorção de água pela matriz polimérica. Quanto maior for à polaridade do termorrígido maior será a sua capacidade de absorção de água. Neste contexto, as matrizes epóxi, as quais curam por meio de grupos hidroxilas e amínicos, possuem na sua estrutura tridimensional grupos fortemente polares (OH) que se ligam facilmente as moléculas de água, por ligações de hidrogênio (Figura 3.20-a). Desta forma, a adição de agentes de cura não polares em matrizes epóxi polares leva a uma diminuição de absorção de umidade na resina (CUNHA; COSTA; REZENDE, 2006). As diferentes configurações geométricas espaciais na molécula da resina podem resultar em uma estrutura mais aberta, favorecendo a absorção de umidade pela cadeia polimérica, dentro dos interstícios da estrutura molecular (Figura 3.20-b). Assim, pode-se correlacionar a absorção de umidade com o volume livre existente dentro da molécula. Portanto, matrizes poliméricas com um arranjo cristalino bem empacotado são mais eficazes na resistência à umidade (SOBRINHO, 2005).



Figura 3.20 - (a) Molécula de água ligada à resina por ligação de hidrogênio; (b) Molécula de água ligada à resina por hidrogênio em multi-sítios de conexão (SOBRINHO, 2005).

Os efeitos ambientais causados pela temperatura e umidade relativa do ar, podem ser irreversíveis devido à afinidade da água por grupos funcionais polares. Nesse contexto, geralmente ocorrem alterações destrutivas na matriz epoxídica, devido à degradação das prováveis interações físico-químicas existentes entre a resina e a fibra. Em consequência, pode ocorrer o descolamento da fibra fixada, provocando delaminação da resina epóxi com a consequente redução das propriedades mecânicas e termofísicas do polímero (CÂNDIDO; ALMEIDA; REZENDE, 2000; APICELLA et al., 1982).

A suscetibilidade da resina epóxi à absorção de água e a redução de seu desempenho em ambiente hostil é uma preocupação inerente ao uso desses

materiais. O ciclo contínuo de exposição a ambiente seco e úmido pode causar um ligeiro aumento do volume da resina, que é denominado inchamento. O processo de expansão/contração reversível, decorrente de sorção e desorção de umidade, pode estimular a formação de microtrincas fragilizando o polímero (SOBRINHO, 2005).

Collings, Harvey e Dalziel (1993), chegaram à conclusão que o aumento da umidade é muito similar ao aumento da temperatura. Em seus estudos experimentais mostraram que um aumento de 70°C na temperatura produz um resultado proporcional ao da absorção de umidade na resistência à compressão, tração e ao cisalhamento interlaminar, reproduzindo o modo de falha de matrizes poliméricas sob a ação de calor e umidade.

3.5.5. Trincas

A formação de microtrincas em um epóxi pode ser facilitada pela presença de umidade, que provoca alterações de tensão superficial e no pH, promovendo falhas de interface (D'ALMEIDA; CELLA, 2000). Em um ambiente com água ou ar úmido, a resina microtrincada absorverá mais água do que uma resina não trincada (ZHOU; LUCAS, 1995), ocasionando ataque sobre a resina e a interface epóxi/agente de cura terá aumento de peso, perda de rigidez e uma eventual queda nas propriedades finais da resina (LIAO; TAN, 2001; ROSU et al., 2002).

Em resinas epóxis o surgimento de trincas advém de falhas por: a) vazios formados pelo ar aprisionado durante o processo de mistura dos componentes; b) geração de subprodutos voláteis que resultam de reações químicas internas; e c) porosidade oriunda de diferenças de velocidade de mistura e cura dos compostos (GRAÇA; D'ALMEIDA; DARWISH, 1989). Não havendo a formação de bolhas e vazios, poderá haver uma diminuição da difusão do ar e do oxigênio. Portanto, polímeros reticulados poderão reduzir a degradação termo-oxidativa, diminuindo a magnitude da falha por trinca. No caso de haver um aumento na porosidade, contudo, há maiores probabilidades de ocorrer difusão em face da existência de eventuais capilares interligando estes vazios (D'ALMEIDA; CELLA, 2000).

Um aspecto importante a ser considerado nos processos de fratura de resinas epoxídicas está relacionado com a influência dos agentes ambientais sobre os mesmos. Os mecanismos atuantes são: (a) adsorção, que é a retenção de um material na superfície do polímero; (b) difusão, que são transportes internos de uma substância; e (c) dessorção do material difundido na interface polimérica, que é o fenômeno da retirada de substâncias adsorvidas ou absorvidas por outras substâncias, isto é, o inverso da sorção (OSSWALD; MENGES, 1995). A Figura 3.21 mostra a formação e a propagação de uma trinca por difusão em resina epóxi.



Figura 3.21 - Formação de trinca e propagação em epóxi (Adaptado de OSSWALD; MENGES, 1995).

Os sistemas epóxis geralmente apresentam aspectos topográficos de fratura típicos, que denotam uma descontinuidade na fratura. Iniciando na zona especular, a trinca principal intercepta trincas secundárias na zona de transição que sofrem nucleação, dando origem a uma região rugosa com presença de marcas com conformação cônica. A ausência de estrias, que é um indicativo de melhor capacidade de deformação de um material, reforça o baixo consumo de energia de fratura em ensaios de impacto (D'ALMEIDA; CELLA, 2000).

Em resinas epoxídica que apresentam defeitos, bolhas, entalhes, ocorrem uma grande concentração de tensões, que pode ocasionar o rompimento do material quando este está submetido a um esforço por contato (PIRES et al., 2005). O ensaio de impacto izod fornece um modo rápido e prático de se avaliar qualitativamente a capacidade de um material absorver energia (CHAOS-MORÁN et al., 2008). A resistência ao impacto é influenciada por diversos fatores, como cristalinidade do material, grau de reticulação, forças de ligações e defeitos apresentados nos materiais ensaiados (GONÇALEZ et al. 2006).

A análise por microscopia eletrônica de varredura é uma das principais formas utilizadas no processo de análise de superfícies oriundas de danos ou falhas. A superfície de fratura é a principal fonte de referência para se determinar a causa da falha (PURSLOW, 1988; SOHN; HU, 1995).

4. MATERIAIS E MÉTODOS

Este capítulo apresenta a forma como foi desenvolvido o estudo, a metodologia adotada e os materiais e equipamentos utilizados.

4.1. Materiais

4.1.1. Fibra de Poliimida

A escolha da fibra de PI para a construção do cartucho usado nesta pesquisa foi determinada pelos atributos exigidos pela indústria de despoeiramento em relação à eficiência na captura de particulados e principalmente pela condição térmica do não tecido de PI até 240°C e pela informação do fornecedor de alguns picos em até 250°C. A fibra sintética de polliimida aromática com a sua estrutura química é mostrada na Figura 4.1, que foi adquirida da indústria Evonick, localizada na Áustria, para realizar a produção industrial do não tecido na Renner Têxtil. A Evonick detém a patente de fabricação deste tipo de fibra de formato multilobal, conhecida por P84.



Figura 4.1 - Fibra e estrutura química da PI.

Além das características fornecidas pela literatura, foram realizados testes de caracterização da fibra, através de micrografias, para investigar a geometria e o diâmetro médio das fibras de poliimida. Neste estudo a resistência térmica da fibra foi avaliada pela temperatura de degradação por análise de termogravimetria.

4.1.2. Não tecidos

Para fins comparativos experimentais com o não tecido de PI utilizaram-se outros dois tipos de não tecidos, poliéster (PES) e poliacrilonitrila copolímero (PAN), fornecidos pela Renner Têxtil. O não tecido de PES foi escolhido devido ao cartucho original existente na planta petroquímica DAK América, ser deste mesmo tipo de material. Já o não tecido de PAN foi definido pela condição térmica limite de uso para filtração de particulados, 115°C, portanto, temperatura superior mais próxima ao filtro de celulose, também utilizado como material de filtro cartucho.

As condições físicas de fabricação dos não tecidos foram determinadas experimentalmente por gramatura, espessura e permeabilidade para os três tipos de materiais. Foram realizados testes de caracterização dos não tecidos com fibras circulares de PES e PAN, bem como para a PI produzida, visando obter os resultados iniciais. As superfícies dos não tecidos foram verificadas por imagens transversais obtidas por microscopia eletrônica de varredura, para avaliar o diâmetro e a distância entre as fibras.

4.1.3. Resina DGEBA

Para o desenvolvimento da matriz polimérica visando a posterior fabricação de um material epóxi, destinado ao reforço em filtro cartucho, foi usada neste estudo a resina DGEBA. Este produto provém da reação de Epicloridrina com Bisfenol-A, com nome técnico DER-331, produzido pela Dow Química do Brasil. A resina DGEBA é um líquido amarelo viscoso, densidade de 1,16 g/cm³, peso molecular numérico médio de 380 g/mol, equivalente epoxídico de 190 g/eq. e ponto de fulgor de 252°C. Entre 300°C a 400°C a resina sofre decomposição acelerada gerando gases. O prazo de validade do produto é 24 meses (DOW QUÍMICA, 2000).

4.1.4. Agente de Cura

Os compostos que constituem o novo agente de cura são poliaminoamida e amina, ambos líquidos incolores, adquiridos em separado da Lord Corporation, Carolina do Norte, Estados Unidos. Os dois componentes foram preparados pela mistura de poliaminoamida:amina 9:1, resultando em um líquido viscoso âmbar. O método de mistura do agente de cura em bancada de laboratório foi com 450 mL de poliaminoamida e 50 mL de amina em béquer de 1 litro, medido em proveta. Após realizou-se a homogeneização durante um minuto com agitador mecânico é transferência para recipiente fechado. A Figura 4.2 mostra as estruturas químicas individuais dos compostos.



Figura 4.2 - Estrutura química dos compostos poliaminoamida e amina.

Outros três agentes de cura foram utilizados para avaliação comparativa das propriedades mecânicas de epóxi em ensaio de tração. Foram adquiridos já prontos na forma líquida, com percentual de mistura no epóxi seguindo recomendação da literatura, conforme listado:

 Amina Alifática Trietileno Tetramina (TETA), produto técnico DEH-24, produzido e comercializado pela Dow Química do Brasil, com estrutura química conforme a Figura 4.3. Foi utilizado com 13% em peso na composição do epóxi.

H₂N NH \mathbf{NH} NH2

Figura 4.3 - Estrutura química do agente de cura TETA.

 Diamina Aromática Tetrafuncional (DDM), nome comercial HT-972, fabricado pela Ciba-Geigy Química S.A., com estrutura química mostrada na Figura 4.4.
O percentual usado na composição da resina epóxi foi de 33% em peso.



Figura 4.4 - Estrutura química do agente de cura DDM.

 Amina Alifática Dietileno Triamina (DETA), nome comercial HY-950, produzido pela Maxiepoxi e estrutura química apresentada na Figura 4.5. Utilizou-se 10% em peso do agente de cura na formulação da resina epóxi.



Figura 4.5 - Estrutura química do agente de cura DETA.

4.1.5. Resina Epóxi DGEBA

O sistema epóxi estudado neste trabalho foi formado pela mistura da resina DGEBA reticulada com o agente de cura misto (poliaminoamida:amina, 9:1). Cinco diferentes formulações foram pesquisadas variando de 30% a 70% em peso de agente de cura, para definir a opção mais adequada de razão do polímero na construção do cartucho. O método de preparo da resina epóxi DGEBA em bancada de laboratório foi por pesagem da resina DGEBA e agente de cura, em copo de béquer, através de balança analítica Gibertini, modelo E154, com precisão de ± 0,0001 g. A mistura com bastão de vidro ocorreu por cerca de 5 minutos, até obter a completa homogeneização dos produtos, sem a formação de bolhas, com transferência para moldes de borracha de silicone.

4.1.6. Modelo de Material Particulado

O material particulado utilizado nos experimentos de filtração foi o polietileno de baixa densidade (PEBD), fornecido pela Braskem, Pólo Petroquímico de Triunfo (RS), que possui as seguintes propriedades, fornecidas pelo fabricante: tenacidade, inerte, parcialmente cristalino, alta resistência ao impacto, alta flexibilidade, estabilidade, morfologia esférica e densidade de 0,923 g/cm³. Acima de 300°C o polímero tende a se degradar. Este material foi escolhido, pois se assemelha ao usado em teste de aplicação industrial para o protótipo de filtro cartucho na petroquímica DAK Américas.

A micrografia do material particulado foi realizada por meio de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), do Centro de Microscopia Eletrônica da Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul.

O material particulado usado no teste de filtração com protótipos de cartuchos, unidade experimental, foi com a amostra de particulados conforme a distribuição granulométrica original. Para determinar o tamanho das partículas foi utilizado um equipamento para análise granulométrica no Laboratório Têxtil da Renner, identificado por ROT-TAP, modelo Coarse, composto de sete peneiras, tampa e fundo, seguindo a norma ASTM D-1921. As malhas das peneiras pela ABNT foram de 200, 230, 270, 325, 400, 500 e 635 mesh, que correspondem respectivamente a uma abertura com 75, 63, 53, 45, 38, 25, 20 μ m. Foram realizados cinco ensaios para determinar a granulometria média dos particulados, com uma amostra de massa de 60,0±0,1 g para cada teste. A amostra foi submetida à agitação no equipamento por 15 minutos, sendo no final cada peneira com resíduo pesada, obtendo-se, então, a massa de particulado retido por peneira. Com os dados obtidos foi possível determinar a curva acumulativa em peso (%) e o tamanho médio de partícula (Dp₅₀).

Na simulação de filtração para não tecidos em equipamento ETS, modelo GmbH, a metodologia foi realizada com particulados finos, MP_{2,5} (até diâmetro de 2,5 µm). Portanto, partiram-se dos particulados coletados no fundo do último prato do ROT-TAP, assim, os menores de 20 µm, para novo processo de peneiramento em equipamento Microorifice Uniform Deposit Impactor - Nano Moudi no Laboratório Têxtil da Renner. O equipamento é um impactador de cascata em estágios, com placas rotativas para ocorrer à deposição uniforme em áreas circulares de

aproximadamente 25 mm de diâmetro. Cada estágio possui uma placa de impactação para o estágio precedente e uma de orifícios para o mesmo. Pela rotação alternada dos estágios, a deposição é distribuída uniformemente, devido a um jato de ar que atinge a placa de impactação. O fluxo de ar usado foi de aproximadamente 22 lpm. Os filtros são de policarbonato com espessura 8 µm (Nuclepore[®]). Foi usado quatro estágios de retenção dos particulados com abertura de 2,5; 1,8; 1,0 e 0,56 µm. Os particulados usados no simulador ETS foram aqueles que ultrapassaram o primeiro estágio, os menores que 2,5 µm. Foi montada a distribuição granulométrica para o simulador ETS e o tamanho médio de partícula.

4.2. Métodos

4.2.1. Espectroscopia na Região do Infravermelho

Neste estudo utilizou-se FTIR para caracterizar a fibra de poliimida, a resina DGEBA, o agente de cura e a mistura de resina epóxi definida para o preparo do protótipo de filtro cartucho. Os ensaios foram realizados no Laboratório de Espectroscopia da FAQUI/PUCRS, em um Espectrômetro FTIR da Perkim-Elmer, modelo Spectrum 100, em escala de 4000 a 500 cm⁻¹. A fibra, resina DGEBA e o agente de cura foram analisados puros, aplicados diretamente na placa de ATR. A mistura do epóxi curado foi analisada em pastilha de KBr.

4.2.2. Calorimetria Exploratória Diferencial

A análise térmica foi realizada para avaliar o estudo cinético da resina DGEBA com agente de cura, com a finalidade de determinar o tempo total da reação de cura da mistura escolhida. Essa análise buscou determinar o tempo necessário para que o material possa ser submetido a solicitações mecânicas e térmicas com máximo desempenho, ou seja, após sua cura completa ou a estabilização da reação a 25°C. Foi realizada no Laboratório de Caracterização de Materiais da FAQUI/PUCRS em equipamento TA Instruments, modelo Q20, em um intervalo de temperatura de -40°C a 200°C, com uma variação de 10°C/min em fluxo de N₂ de 50 mL/min, segundo a norma ASTM D-3418.

4.2.3. Microscopia Eletrônica de Varredura

Neste estudo a morfologia dos materiais é de extrema importância para observar os aspectos da fratura e modo de falha, por conseguinte, compreender as propriedades mecânicas observadas nos ensaios. Utilizou-se MEV para caracterização das fibras e para as análises fractográficas nos testes de tração e impacto izod. Foi realizado no Centro de Microscopia Eletrônica da PUCRS em um equipamento de microscopia eletrônica de varredura Philips, modelo XL 30, com tensão de aceleração de 20 kV. O preparo inicial dos corpos-de-prova foi realizado em metalizadora Bal-Tec, modelo SCD 005, por metalização com ouro nas amostras de fibras, não tecidos e resinas. As micrografias dos parâmetros de construção dos não tecidos, diâmetro das fibras e distância entre fibras, foram analisadas com o auxílio do software Image J, para calcular a média e o desvio padrão.

4.2.4. Análise Termogravimétrica

As análises por termogravimetria (TGA/DTG) em fibra de poliimida e resina epóxi foram realizadas em equipamento TGA Q500 V6.7 Build 203, modelo TA Instrument, no Laboratório de Polímeros do SENAI - CETEPO (Centro Tecnológico de Polímeros) em São Leopoldo/RS. A metodologia seguiu a norma ASTM D-6370, com taxa de aquecimento de 20°C/min em forno EGA e cadinho de platina. Para o teste com fibra utilizou-se atmosfera oxidativa e no epóxi foi com atmosfera de nitrogênio.

A amostra de fibra de poliimida não necessitou de preparação prévia. Já na preparação da resina epóxi foi realizada com a mistura de mesmas proporções entre o agente de cura e resina DGEBA, com agitação constante durante 5 minutos e 144 horas de cura em temperatura ambiente.

4.2.5. Fabricação do Não tecido

Para a fabricação da manta de poliimida aromática na Renner Têxtil utilizaram-se os seguintes equipamentos industriais:

- Carregador Hergeth Hollingsworth, modelo 335-61490;
- Carda Spinnbau Bremen, modelo GmbH;

- Dobradora Cross-Laner Autefa, modelo CL200;
- Agulhadeira Fehrer, modelo NL9;
- Secador Rama, modelo Texima TT.

4.2.6. Determinação da Gramatura, Espessura e Permeabilidade

Os ensaios de gramatura, espessura e permeabilidade foram realizados no Laboratório Têxtil da Renner, geralmente em dez corpos de prova para cada tipo de material. Este teste avaliou o desempenho do não tecido limpo e depois de usado. Para determinar a gramatura (g/m²) foi usada uma Balança Semi-analítica Mettler Toledo, modelo PB 303, seguindo a norma NBR 12984:2009 - Não tecido - Determinação da massa por unidade de área. A espessura (mm) foi determinada em Medidor de Espessura Mainard, modelo M-73210-T, conforme a norma NBR 13371:2005 - Não tecido - Determinação da espessura.

A determinação da permeabilidade foi realizada em Permeabilimetro Karl Schroder KG, modelo 6940 Weinheim (Figura 4.6). O método consiste em colocar amostra no orifício de fluxo do equipamento, ajustar a pressão constante de 20 mm de coluna d'água em manômetro indicador de pressão diferencial, modelo DPF-15E e ligar o temporizador digital para análise por 30 segundos. O resultado da permeabilidade foi medida em manômetro pelo fluxo de ar (L/min.dm²) que atravessa o não tecido. O ar é gerado em aspirador Arno Papa-Pó, modelo APAC de 700 W, com fluxo invertido, levado por mangueira até o aparelho. Foi usada como referência a norma NBR 13706:1996 - Não tecido - Determinação da permeabilidade ao ar.



Figura 4.6 - Permeabilimetro.

4.2.7. Análise de Alteração Dimensional

O ensaio de alteração dimensional em não tecido determina a variação das distâncias entre cada par de pontos de referência marcados em cada corpo-deprova, medidos antes e depois de exposição ao calor seco pelo método de estufa. Portanto, para determinar o encolhimento ou estiramento do não têxtil segue Equação 4.1.

$$AD(\%) = \frac{A - B}{A} \times 100$$
 (4.1)

Onde: *AD* é a alteração dimensional (%), *A* é a dimensão inicial (mm) e *B* é a dimensão após a exposição térmica (mm).

A metodologia usada seguiu a norma NBR 14356:1999 - Não tecido -Determinação da alteração dimensional, com duas horas de permanência em cada exposição térmica e aumento gradativo de 5°C até uma condição superior a 20°C ao limite máximo recomendado pela literatura para cada tipo de não tecido. Os testes foram realizados no Laboratório Têxtil da Renner, em estufa Genlab modelo N95SF, com três séries de repetição para cada tipo de material.

4.2.8. Ensaio de Inflamabilidade

O ensaio de inflamabilidade em não tecido, também conhecido como *"hot metal nut"*, é um método comparativo de determinação dos efeitos de um pequeno foco de incêndio sobre a superfície do têxtil. O equipamento Wira Instrumentation, modelo CFT NUT instalado no Laboratório Têxtil da Renner, possui uma câmara confinada para o teste, que simula o impacto de partículas superaquecidas, medindo o tempo de extinção da chama no têxtil. Foram realizadas em cinco amostras para cada tipo de não tecido.

A câmara do ensaio é fabricada de material incombustível e placa resistente com um painel deslizante, que isola a câmara. Um espelho em cima da câmara permite ao operador ver as amostras durante o teste. O corpo-de-prova circular é colocado na base removível no interior da câmara de ensaio. Uma resistência interligada ao pino central aquece o metal até o começo da carbonização do têxtil e a queima da área afetada. O controle do início da chama no têxtil até extinção foi medido por cronômetro digital. O procedimento seguiu a norma britânica BS 4790:1987 - Método para determinação dos efeitos de uma pequena fonte de ignição em têxteis.

4.2.9. Simulação de Filtração

O ensaio de desempenho de filtração em não tecidos foi realizado no Laboratório Têxtil da Renner Têxtil, seguindo a norma ASTM D-6830-02 - Método padrão para caracterizar a queda de pressão e desempenho de filtragem em meio filtrante - Filtração Seca. A filtração e as condições de limpeza foram adaptadas a partir do método alemão VDI 3926, para simular as condições que prevalecem nas operações reais de filtração.

O equipamento Simulador de Filtragem ETS, modelo GmbH (Figura 4.7) controla o tempo de filtração, número de ciclos de filtração, pressão residual média, velocidade de limpeza, temperatura do gás, massa total retida e massa total passante. O gás utilizado foi ar comprimido normal e o aquecido, em duas corridas distintas, para medir a influência térmica na filtração dos particulados menores que 2,5 µm. Para cada tipo de não tecido utilizado foram usados 5 corpos de prova, em cada variação da velocidade de limpeza. As variáveis controladas foram:

- Taxa de alimentação de pó: 0,03 g/s;
- Velocidade do gás: 8,3 cm/s;
- Velocidade do pulso de limpeza: 7, 12 e 17 cm/s;
- Temperatura do gás a frio: 25±1°C (para todos os tipos de não tecidos);
- Temperatura do gás a quente: 115±1°C para PAN, 150±1°C para PES e 240±1°C para PI.

Duas bombas de vácuo mantiveram constantes as velocidades de fluxo de ar na entrada e no sistema de limpeza, por duto com diâmetro de 150 mm. A taxa de particulados foi continuamente medida e registrada em unidade de controle de alimentação de pó. A escala tem uma leitura contínua, com uma resolução de 10 gramas. Um sensor de imagem óptico acompanha a opacidade da poeira e do ar, para verificar se o sistema é estável durante todo o período do teste. O gás pode ser aquecido em uma unidade de aquecimento por resistências elétricas distribuídas em varias partes do duto. O controle dos particulados foi realizado após a filtração (massa passante) e na parte inferior do duto (particulado que venceu o fluxo de gás). O sistema de aquisição de dados é constituído por um microcomputador provido de uma placa de aquisição de dados, que permite a leitura por sensores externos. Os experimentos foram controlados por software em Visual Basic 4.0, instalado para os registros das variáveis de interesse.



Figura 4.7 - Partes identificadas do Simulador de Filtração.

O mecanismo de filtração é por impactação inercial, batida direta dos particulados sobre a amostra de não tecido com 150 mm de diâmetro, colocada no sentido transversal da tubulação do equipamento. Um termopar monitora a temperatura do gás no momento da filtração dos particulados (Figura 4.8).



Figura 4.8 - Parte interna do duto aberta com a amostra de não tecido.

Cada teste de simulação consistiu de três etapas sequenciais:

a) <u>Adaptação Inicial</u>: consistiu de carregamentos de poeira continua, formando um bolo de poeira para adequar o não tecido, até atingir aproximadamente uma diferença de pressão inicial de 1000 Pa. Neste ponto, o filtro foi limpo por um pulso de ar comprimido em fluxo reverso, fazendo a pressão oscilar rapidamente dentro do duto do teste e estabilizar após aproximadamente 3 segundos do pulso de limpeza.

b) <u>Condicionamento</u>: carregamento contínuo de pó, seguidos de 10.000 ciclos de pulsos rápidos de limpeza a cada 5 segundos. A limpeza em ciclos de curto tempo contribuiu para um alto estresse na resistência mecânica do não tecido, em comparação com as condições normais de uso em filtro cartucho, contribuindo para um rápido envelhecimento do material. Os períodos de recuperação foram monitorados e registrados continuamente ao longo do teste.

c) <u>Desempenho</u>: teste de performance da filtração em não tecido, gravado em 14 horas de duração com ciclos de limpeza e carregamento de poeira constante. As poeiras expelidas foram medidas assim como o ganho de peso de cada substrato, respectivamente, em balança analítica de alta resolução e balança analítica. A eficiência de retenção (*ER*) foi determinada em função da massa passante e da alimentação total de pó, conforme a Equação 4.2 que segue:

$$ER(\%) = \frac{m_p - m_r}{m_p} \times 100$$
 (4.2)

Onde: m_p é a massa total de particulados e m_r é a massa de material passante.

Ao final do teste avaliou-se a permeabilidade do corpo de prova em Permeabilimetro Karl Schroder KG.

Utilizou-se o programa estatístico SAS - versão 9.2, para análise dos dados do planejamento experimental. Foi utilizada Análise de Variância com três fatores (ANOVA), para comparar os tipos de não tecidos (3 níveis), velocidades de limpeza (3 níveis) e temperatura (2 níveis). A aplicação da ANOVA foi para verificar se existe diferença significativa entre as médias dos grupos neste delineamento experimental multifatorial 3x3x2. Devido à heterogeneidade das variâncias, utilizou-se a técnica de ponderação pelo inverso da variância através de mínimos quadrados ponderados.

4.2.10. Ensaio de Tração

Os ensaios mecânicos de tração em não tecido e resina epóxi foram realizados em máquina universal de ensaio - dinamômetro Frank 81565 IV no Laboratório Têxtil da Renner. Os resultados foram obtidos por um sistema de dados com placa National Instruments SC-2345 Series interligado via computador, que registrou as propriedades mecânicas de tensão na ruptura, deformação máxima de ruptura e módulo de elasticidade.

4.2.10.1. Não tecidos

Os ensaios mecânicos de tração em não tecidos foram realizados no sentido longitudinal e transversal, conforme a norma NBR 13041:2004 - Não tecido - Determinação da resistência à tração e alongamento. As dimensões dos corpos de prova em formato de tiras retangulares foram de 50 x 350 mm. Aplicou-se uma velocidade de afastamento vertical constante na garra de 100 mm/min, com uma célula de carga de 10 kN, até o rompimento do corpo de prova.

Foram utilizados oito corpos de prova em cada teste de tração. Inicialmente após a produção do não tecido de poliimida em ambiente normal (25±5°C e 80±10%) e após submeter os corpos de prova em faixas térmicas de exposição pelo método de estufa. Utilizou-se estufa Genlab modelo N95SF e mufla Quimis modelo 317B223, para submeter às amostras em 100°C, 150°C, 200°C, 240°C e 250°C em função do tempo. Retirou-se amostras mensalmente da mufla e estufa para análise de tração, até um período máximo de quatro meses de exposição.

4.2.10.2. Resina Epóxi

Os ensaios mecânicos de tração em resina epóxi foram realizados de acordo com a norma ASTM D-638 - Método de teste padrão para propriedades de tração para plásticos. Aplicou-se uma velocidade de afastamento vertical constante na garra de 1 mm/min, com uma célula de carga de 10 kN, até o rompimento do corpo de prova.

Foram preparados oito corpos de prova em molde de silicone para cada composição de resina DGEBA/agente de cura, conforme as dimensões dos corpos de prova, em mm, dadas na Figura 4.9. O tempo de repouso das amostras foi de quinze dias até realizar os testes de determinação inicial (normal e controlada de temperatura/umidade) e com exposição térmica da resina.



Figura 4.9 - Corpo de prova para tração de epóxi, com medidas em mm.

Para avaliar o comportamento da variação nas formulações dos sistemas epoxídicos e nas propriedades mecânicas de resistência à fratura foram realizados ensaios mecânicos de tração nas amostras preparadas em temperatura e umidade em ambiente normal (25±5°C e 80±10%) e outro grupo em temperatura e umidade controladas (23±2°C e 50±5%), para avaliar a influência das condições de preparo.

Utilizou-se estufa Genlab modelo N95SF e mufla Quimis modelo 317B223, para submeter corpos de prova em diferentes faixas térmicas (80°C, 160°C, 200°C, 240°C e 260°C), por 15 dias em cada temperatura fixa, para avaliar após o comportamento de tensão-deformação e trincas internas. Comparativamente verificaram-se as trincas do epóxi em protótipo metálico de cartucho, submetido nas mesmas condições térmicas pelo método de estufa.

4.2.11. Ensaio de Absorção de Umidade

O ensaio de absorção de umidade em resina epóxi foi realizado no Laboratório de Organometálicos e Resinas da FAQUI/PUCRS, por imersão das amostras em água destilada à 60°C em pressão atmosférica, durante um período máximo de 64 dias. Os testes foram realizados em banho-maria da marca Biomatic, modelo 387, de acordo com a metodologia descrita na norma ASTM D-5229 - Método de teste padrão para propriedades de absorção de umidade e condicionamento de equilíbrio de materiais poliméricos. Foram utilizados quatro corpos de prova preparados em molde de silicone para cada composição de resina DGEBA/agente de cura, conforme as dimensões dos corpos de prova na Figura 4.9.

Para observar o processo de inchamento pela curva de absorção de água, os corpos-de-prova foram pesados antes da imersão em água e em dias intermediários até 64 dias de teste, usando uma balança analítica Gibertini, modelo E154, com precisão de \pm 0,0001 g. Sabendo-se o peso inicial de cada amostra, foi determinado o percentual em peso de água absorvida pela resina através da Equação 4.3:

$$M(\%) = \frac{m_f - m_i}{m_i} \times 100$$
 (4.3)

Onde: *M* é o percentual de massa absorvida (%), *mi* é a massa inicial da amostra e *mf* é o peso final da amostra, após um determinado tempo de envelhecimento em água.

As amostras foram retiradas do ambiente úmido e após o excesso de água superficial ser removido, foi iniciado o procedimento de pesagem. A medida do peso foi registrada após obtenção do equilíbrio do peso, que acontecia pela evaporação da água superficial nas amostras. Após o período de 64 dias foi realizado os ensaios de tração nos corpos de provas.

Esta análise foi realizada com o objetivo de observar a influência da umidade na estrutura do polímero, pois é comum a exposição dos cartuchos a intempéries do clima, como infiltração de água, devido a falhas de vedação no sistema de filtração de particulados e por não estarem cobertos por construção civil.

4.2.12. Impacto Izod

O teste foi realizado no Laboratório de Polímeros do SENAI - CETEPO (Centro Tecnológico de Polímeros) em São Leopoldo/RS, em um equipamento Resiliômetro de Impacto Ceast, modelo Resil Impactor. Foi usado um martelo de 1J e velocidade de impacto de 3,46 mm/s, segundo a norma ASTM D256 - Método de teste padrão para determinar a resistência ao impacto izod em polímeros.

Foram preparados oito corpos de prova em molde de silicone para cada composição de resina DGEBA/agente de cura, conforme as dimensões dos corpos de prova, em mm, mostrado na Figura 4.10. O tempo de repouso das amostras foi de 15 dias em ambiente normal (25±5°C e 80±10%) até realizar o corte de 45° em Entalhador marca Ceast. Logo após as amostras foram acondicionadas por 40 h a 23±2°C e 50±5% umidade antes de realizar o teste. Outra série de amostras foi submetida em estufa Genlab modelo N95SF e mufla Quimis modelo 317B223, para acondicionar os corpos de prova em diferentes faixas térmicas (80°C, 160°C, 200°C, 240°C e 260°C), por 15 dias em cada temperatura fixa, para avaliar o comportamento ao impacto em condições normais de operação.

A principal aplicação do ensaio de resistência ao impacto izod refere-se ao comportamento da resina epóxi, na transição da propriedade dúctil para a frágil como função da temperatura. Possibilita determinar as faixas de temperaturas nas quais os materiais mudam de comportamento, visto o impacto direto dos particulados contra a resina epóxi nas partes internas do cartucho, isso quando o não tecido começar a permitir a emissão de particulados, pois a filtração é de fora para dentro.



Figura 4.10 - Corpo de prova com entalhe para izod, com medidas em mm.

4.2.13. Construção do Cartucho

A transformação do não tecido de poliimida em formato de manta para plissas foi realizada na Renner Têxtil em Plissadeira FCME, modelo FCZD-55/2000II. O equipamento realiza três etapas sequenciais: desbobinador, vincagem e fixação das plissas em base metálica. Possui lâminas alternantes para corrigir a altura da plissa, no caso desta é de 60 mm, com baixa velocidade, que produz um pregueamento no não tecido, fazendo as plissas de forma continua.

A fixação das junções das plissas para fazer a circunferência do cartucho foi realizada em equipamento Termoficador PK, modelo Recfil, que fixou o não tecido por termofusão.

A formulação da mistura de DGEBA:agente de cura 1:1, foi realizado em misturador de resinas, modelo Recfil. O equipamento possui dois compartimentos independentes, onde foi colocado cada produto. A mistura dos compostos é realizada em cilindro de polipropileno com canais misturadores internos, para a adição direta na estrutura metálica do cartucho.

Uma tela metálica é colocada antes do plissado, para dar sustentação interna e resistência ao cartucho (Figura 4.11-a). Posteriormente é fixado um tampão em um dos lados do cartucho pelo mesmo processo da base, fechando o filtro cartucho (Figura 4.11-b). O tempo de repouso do polímero foi definido em 15 dias. As medidas do cartucho com 220 plissas estão descritas na Tabela 4.1.



Figura 4.11 - (a) Tela metálica interna; (b) Filtro cartucho de PI.

Parte Componente	Dimensão (mm)			
Diâmetro Externo	680			
Diâmetro Interno	508			
Altura	650			
Altura de Resina no Suporte	15			

Tabela 4.1 - Medidas do cartucho.

4.2.14. Unidade Experimental de Filtração

O teste em protótipo de cartucho foi realizado em Unidade Experimental de Filtração no Laboratório Têxtil da Renner, mostrado na Figura 4.12, seguindo as normas NBR 12019:1990 - Efluentes gasosos em dutos e chaminés de fontes estacionárias - Determinação de materiais particulados e a NBR 11966:1989 - Efluentes gasosos em dutos e chaminés de fontes estacionárias - Determinação da velocidade e vazão. O equipamento é constituído de uma estrutura metálica de ferro fundido com 2,5 m de altura por 1,5 m de largura.



Figura 4.12 - Unidade de filtração e esquema geral do equipamento.

Foi monitorada a emissão de particulados e a perda de carga residual em 100 ciclos de limpeza avaliada nas velocidades de filtração em 5, 10 e 15 cm/s. Os três tipos de não tecidos utilizados em cartuchos plissados foram de PAN, PES e PI usando o epóxi de DGEBA/agente de cura com composição 1:1. As simulações foram realizadas em três protótipos de cartucho para cada tipo de material.

A filtração ocorreu com velocidade constante de ar, em ambiente normal (25±5°C e 80±10%), simulando a entrada permanente de gases na câmara, ajustada pela rotação no compressor. O controle da velocidade de filtração foi realizado por equipamento medidor de velocidade Autel, modelo MVP com base fixa de leitura digital. Utilizou-se outro aparelho medidor portátil, modelo PVF2, que serviu para verificar a margem de resposta e exatidão dos resultados de velocidade.

A Unidade Experimental de Filtração é constituída das seguintes partes: câmara de filtração, entrada de particulado e gás, sistema de limpeza, conjunto de exaustão e controle de dados.

a) Câmara de Filtração:

A câmara de filtração suja é uma caixa retangular com 1000 mm de altura e 520 mm para as medidas de largura e profundidade. O cartucho foi fixado na parte superior da câmara por engate no espelho. Devido às dimensões reduzidas da câmara de filtração, foi utilizado um cartucho com medidas inferiores ao protótipo original, mostradas na Tabela 4.2, mas com as mesmas 220 plissas.

Parte Componente	Dimensão (mm)			
Diâmetro externo	324			
Diâmetro interno	220			
Altura da resina no suporte	15			
Altura total do cartucho	315			

Tabela 4.2 - Medidas do cartucho para a unidade experimental.

b) Entrada de Particulado e Gás:

O sistema de alimentação dos particulados é constituído por um funil central, localizado na parte superior da moega, por onde é colocado o pó com a moega fechada. A tubulação interna da alimentação possui um defletor, placa inclinada, para evitar a saída de particulados do filtro, quando uma nova alimentação de pó é realizada com o filtro em funcionamento. A alimentação foi realizada após cada ciclo de limpeza, com duas entradas de 12,5 g de pó. Uma logo após o ciclo de limpeza e a outra depois de 60 segundos. Para simular a condição de filtração de gases sujos, que transportam os particulados para a câmara do filtro em ambiente normal, utilizou-se ar comprimido gerado por Compressor Portátil Mega Air, modelo Ferrari com 1,5 CV e 115 libras de pressão. O volume de ar comprimido foi transportado para a câmara de filtração, através de mangueira conectada na base do filtro (próximo à entrada dos particulados).

c) Sistema de Limpeza:

O sistema de limpeza em contra fluxo é o responsável pela liberação de ar comprimido em forma de jatos pulsantes até o furo da tubulação, centrado no cartucho, para expelir os particulados retidos no não tecido plissado. Utilizou-se um tanque pulmão de ar comprimido Autel alimentado por ar de instrumento em linha de serviço, ajustado com pressão em 4 bares. As válvulas são de 1 polegada, modelo Autel, que contém solenóides para modular a sua abertura em função do tempo programado ou variação de pressão na câmara, deixando passar jato de ar pela tubulação. O tubo fica na parte interna da câmara limpa, acima do espelho. Após o ciclo de limpeza a cada 2 minutos, a moega ficava aberta por aproximadamente 5 segundos, para recolher os particulados decantados.

d) Conjunto de Exaustão:

O conjunto de exaustão é composto por uma tubulação externa fixada na câmara limpa, parte superior do filtro, para arrastar os gases filtrados. Foi usado um ventilador centrífugo com motor WEG, modelo B56 de 0,75 CV para arraste dos gases limpos pela chaminé até a atmosfera externa do laboratório.

e) Controle de Dados:

O controle das variáveis do processo de filtração foi realizado com três equipamentos eletrônicos, para monitorar pressão, pulso de limpeza e emissão de particulados. Para o controle da pressão diferencial entre as câmaras limpa e suja utilizou-se um sensor em cada câmara interligado a um equipamento Programador Eletrônico Diferencial de Pressão Ecomatic, modelo ECO6. Foi ajustada no aparelho a duração do pulso de limpeza em 20 milisegundos e o período do ciclo de limpeza a cada 2 minutos, para observar a influência da velocidade de filtração na variação de pressão residual. Os dados foram coletados no sistema do aparelho. Para monitorar

a emissão de particulados foi usada uma Sonda Autel, modelo RP04, colocada na saída da chaminé. O monitoramento da sonda é por geração de corrente elétrica, pelo efeito triboelétrico de choque das partículas contra a haste. O medidor de particulado Autel, modelo GDM-1, registrou os resultados em mg/Nm³ por apresentação gráfica na tela do equipamento.

4.2.15. Teste Industrial

Os testes em planta industrial com protótipo de cartucho de PI com resina epóxi, preparada nas mesmas proporções com DGEBA/agente de cura 1:1, foram realizados na DAK America, localizada em Zarate, Argentina, substituindo cartuchos de PE que estavam sendo utilizados.

A colocação de 16 cartuchos em filtro de processo na planta de polietileno de baixa densidade (PEBD) ocorreu em outubro de 2009, com acompanhamento por 25 meses nos controles de emissão, térmico e pressão diferencial.

O material particulado de PEBD da DAK America é similar ao fornecido pela Braskem, Pólo Petroquímico de Triunfo, utilizado para a realização dos ensaios e simulações em laboratório.

4.2.15.1. Controle de Emissão

Por ser um novo equipamento de filtração, conforme recomenda a legislação CONAMA nº 382 de 2006, os testes de amostragem de emissão de particulados foram realizados nas condições plenas de carga do filtro de forma direta e contínua em duto de chaminé do filtro, de acordo com a norma NBR 12019:1990 - Efluentes gasosos em dutos e chaminés de fonte estacionárias - Determinação de materiais particulados. A sonda Autel, modelo RP-04 foi colocada na parte interna do duto da chaminé. A calibração inicial da sonda foi ajustada por parametrização em medidor de particulado Autel, modelo GDM-1, que monitorou o controle de emissão de forma contínua, com alarme de pico de emissão ajustado para 20 mg/Nm³. Foi usado o software de monitoramento ambiental FSC da Autel, via computador, para obter os dados de emissão por gráfico.

4.2.15.2. Controle de Pressão Diferencial

O controle da pressão diferencial entre as câmaras limpa e suja do filtro foi monitorado por um equipamento programador eletrônico diferencial de pressão Ecomatic, modelo ECO20. O controle da limpeza dos cartuchos foi por variação de pressão no sistema, que é mais econômica em função de minimizar ar comprimido e não afetar a resistência mecânica do não tecido nos cartuchos. A fase inicial de limpeza até obter a torta de filtração foi realizado por variação de tempo. A metodologia seguiu a norma NBR 10701:1989 - Determinação de pontos de amostragem em dutos chaminés de fontes estacionárias.

4.2.15.3. Controle Térmico

Devido às características de filtração dos particulados de PEBD entre temperaturas de 100°C a 230°C, realizado em filtro de processo, a entrada dos gases no sistema de filtração ocorreu sem a necessidade de resfriamento.

O acompanhamento térmico foi realizado na entrada do filtro com equipamento indicador e transmissor de temperatura Autel, modelo TR1, que forneceu as informações do sistema de controle operacional. A metodologia seguiu a norma NBR 12827:1993 - Efluentes gasosos com o sistema filtrante no interior de duto ou chaminé de fontes estacionárias.
5. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Este trabalho foi desenvolvido segundo as etapas: caracterização dos particulados de PEBD, fibra de PI e não tecidos. Após testes de desempenho em não tecidos e de resina epóxi com agente de cura. A última etapa foi dedicada a testes de filtração com cartuchos em escala laboratorial e industrial.

5.1. Material Particulado

5.1.1. Caracterização do Particulado

A Figura 5.1 apresenta a distribuição granulométrica do material particulado usado no teste com protótipos de cartuchos em unidade experimental de filtração. Os valores das aberturas das peneiras em micras e os respectivos percentuais retidos de particulado, com seu desvio padrão, são mostrados em tabela.



Figura 5.1 - Distribuição granulométrica de PEBD obtida por peneiramento.

Com os dados obtidos pela equação da curva foi possível determinar o diâmetro médio de partícula (Dp₅₀) em 56,4 µm.



A Figura 5.2 mostra a micrografia do material particulado esférico de PEBD.

Figura 5.2 - Micrografia do particulado de PEBD.

A Figura 5.3 mostra a distribuição granulométrica do particulado utilizado na simulação de filtração com não tecidos em equipamento ETS. Os valores das aberturas das peneiras em micras e os respectivos percentuais retidos de particulado com seu desvio padrão são mostrados em tabela ao lado do gráfico. Pela equação da reta determinou-se o diâmetro médio de partícula (Dp₅₀) em 1,3 μm e os grossos para o teste ficou entre 1,8 a 2,5 μm. Desta forma, satisfez a necessidade da metodologia em filtrar particulados menores que 2,5 μm.



Figura 5.3 - Distribuição granulométrica de particulados para o simulador ETS.

5.2. Fibra de Poliimida

5.2.1. Análise Termogravimétrica

O termograma da fibra de PI apresentado na Figura 5.4 mostra que esta se mantém termicamente estável até 252,51°C, quando começa a degradação em uma única etapa que vai até 800,13°C deixando um resíduo de 0,9718%. A curva da DTG apresenta a máxima taxa de degradação que ocorre na temperatura de 605,36°C. A estabilidade térmica da fibra de PI mostrou ser concordante com os dados de Nohara et al. (2004). Esta é uma importante informação para garantir o desempenho como não tecido de PI, podendo-se concluir que a fibra mostrou um potencial de aplicação até a temperatura de operação de 250°C. Como condição de segurança para o filtro cartucho construído com não tecido de fibra de PI adotou-se o limite de temperatura até 240°C recomendado por Donovan (1995).



Figura 5.4 - Curvas de TGA/DTG da fibra de PI.

5.2.2. Espectroscopia na Região do Infravermelho (FTIR)

A espectroscopia na região do infravermelho identifica as espécies moleculares da fibra de PI conforme mostra o espectro na Figura 5.5 e Tabela 5.1.



Figura 5.5 - FTIR da fibra de PI.

Banda (cm ⁻¹)	Identificação do grupo
2967, 2865	axiais de CH alifático
1782	simétrica de C = O
1742	assimétrica de C = O
1477, 1514	aromática de C = C
1385	axial de CNC
1103	estiramento de CNC
725	flexão fora do plano CNC

Tabela 5.1 - Identificação das bandas do espectro da fibra de PI.

As bandas identificadas no espectro na região do infravermelho, Figura 5.5, são consideradas as mais importantes e estão consistentes com aquelas esperadas e descritas na literatura para a fibra de PI (CHUNG; KIM, 2000, BARSEMA et al. 2004, NOHARA et al. 2007, BARBARINI, 2010).

5.3. Não Tecidos

5.3.1. Caracterização dos Têxteis

Os resultados da caracterização de construção dos três tipos de não tecidos de PAN, PES e PI, confeccionados com fibras longas, são apresentados na Tabela 5.2.

Características de Construção	PAN	PES	PI
Contextura	F	eltro Agulha	do
Identificação	AC 350	PE 350	PI 350
Gramatura (g/m ²)*	355 ± 3	348 ± 4	352 ± 3
Espessura (mm)*	2,0 ± 0,1	1,4 ± 0,1	1,6 ± 0,1
Permeabilidade (L/min.dm ²)*	345 ± 3	408 ± 5	253 ± 2
Diâmetro médio linear de fibras (µm)	22 ± 3	21 ± 4	16 ± 4
Distância transversal entre fibras (µm)	47 ± 11	45 ± 12	30 ± 9
Distância longitudinal entre fibras (µm)	58 ± 10	61 ± 11	32 ± 11

Tabela 5.2 - Resultados de caracterização dos não tecidos.

* Observação: realizado a 25ºC.

Observa-se pelos dados da Tabela 5.2 que a confecção do não tecido de PI contém fibras com diâmetros menores e estruturas mais fechadas, portanto, com menor permeabilidade no meio filtrante. Para os nãos tecidos de PAN e PES construídos com fibras mais abertas no sentido transversal e longitudinal, comparados a PI, contribuíram para uma permeabilidade maior nestes materiais que facilitou o fluxo de gases entre as fibras.

As superfícies dos não tecidos de PI (Figura 5.6), PES (Figura 5.7) e PAN (Figura 5.8) são mostradas por imagens transversais obtidas por microscopia eletrônica de varredura, que avaliou o diâmetro e a distância entre as fibras.



Figura 5.6 - Micrografia do não tecido de PI ampliada em 50, 200 e 400 vezes.



Figura 5.7 - Micrografia do não tecido de PES.

Figura 5.8 - Micrografia do não tecido de PAN.

A Figura 5.6 de PI apresenta estrutura multilobal para as fibras do não tecido. Já as Figuras 5.7 e 5.8, respectivamente de PES e PAN, mostram uma formato circular de fibra. Segundo Steffens e Coury (2007), o formato das fibras para filtros podem ser de diferentes geometrias, mas geralmente são circulares; porém fibras multilobais são mais eficientes por terem maior área de retenção, fechando a estrutura do material. Portanto, pode-se concluir que a menor permeabilidade de PI é devida a influência da geometria da fibra.

5.3.2. Análise de Alteração Dimensional e Permeabilidade

Os resultados de alteração dimensional em não tecidos de PAN, PES e PI de 350 g/m² em função da temperatura são apresentados na Figura 5.9. Nos Apêndices A, B e C são apresentados os resultados completos para cada tipo de material.



Figura 5.9 - Curva da alteração dimensional em função da temperatura.

As curvas de PAN e PES apresentam um modelo exponencial inicial com baixa alteração dimensional alterando para um modelo linear, que se mantém constante até ultrapassar 20°C dos limites térmicos, respectivamente até 135°C e 170°C. Ocorreu o alongamento dos materiais atingindo 1% para a PAN em 115°C e para o PES em 150°C, seguindo as recomendações térmicas de limite de uso dos materiais na literatura (DONOVAN, 1985).

Para a curva de PI a alteração dimensional iniciou em 150°C com modelo exponencial prosseguindo até 230°C, onde começa uma declividade maior, atingindo alongamento de 0,97% em 250°C, condição máxima de uso para alteração dimensional conforme recomendado por Akcelrud (2007) e Mello (2007). Entre

250°C e 255°C a alteração dimensional do PI muda de alongamento para retração, visto que em 252,51°C começa a degradação do material (Figura 5.4), chegando a 0,85% de retração em 260°C. A retração excessiva do não tecido sobre a tela metálica do cartucho, com valores acima de 1% de alteração dimensional, pode causar a colagem do não tecido, portanto, perdendo a sua funcionalidade de resistência no processo de limpeza.

Os resultados demonstram que o não tecido de PI resistiu plenamente até 240°C com 0,45% de alongamento do não tecido. Essa condição é satisfatória para a sua utilização em cartuchos para processo de alta temperatura.

Os resultados da análise de permeabilidade em não tecido de PI, realizados posteriormente a análise de alteração dimensional, nos mesmos corpos de prova a 25°C, são apresentados na Figura 5.10 com os seus desvios padrões.



Figura 5.10 - Curva da permeabilidade em função da temperatura para a PI.

Pode-se concluir que a elevação da temperatura proporciona a abertura dos poros internos do material e, consequentemente, o alongamento do não tecido de PI. Esta condição acarreta a elevação praticamente linear da permeabilidade ao ar até 240°C, quando ocorre a inversão das condições de alteração dimensional, passando para retração em 255°C, com reflexo na permeabilidade diminuída pelo fechamento dos poros do não tecido. Esta condição de menor passagem de fluído através do meio poroso provoca elevação de pressão residual no sistema de filtração e, consequentemente, perda de produção quando em operação. Conforme os estudos de Freitas et al. (2004), a temperatura elevada diminui a eficiência de

coleta de particulados para o mecanismo de impactação inercial, aplicado em filtro cartuchos, pelas condições de fechamento do poros.

O que se verificou na Figura 5.10 é que existe uma interdependência entre o fluxo do gás, a temperatura e a estrutura do filtro. Neste caso a permeabilidade aumenta com a temperatura, até o começo da retração do não tecido, quando o fluxo do gás passa a diminuir consideravelmente.

5.3.3. Ensaio de Inflamabilidade

O ensaio de inflamabilidade realizado em não tecido de PI de 350 g/m² confirmou as afirmações de Gacén e Gacén (2003), de ser termorresistente a ação da chama, pois resistiu ao fogo por 30 segundos até extinção da chama. Os danos foram apenas na área do pino superaquecido e chamuscamento na parte superficial do material, conforme mostra a Figura 5.11.



Figura 5.11 - (a) Amostra inicial; (b) Queima na região do pino.

Embora não seja uma característica para o tipo de particulado do estudo, mostrou-se que a PI é um não tecido que resiste com segurança para casos de acidentes ou descontroles térmicos em processos de filtração de particulados a quente, pois a combustão e a autoignição de não tecidos é uma condição problemática de controlar depois de iniciada. Para os não tecidos de PAN e PES, após a ignição não resistiram ao fogo e foram queimados completamente.

5.3.4. Ensaio de Tração

Os resultados das propriedades mecânicas de tração e alongamento no sentido longitudinal e transversal, para o não tecido de PI com 350 g/m² são apresentados na Tabela 5.3, Figuras 5.12 e 5.13. Inicialmente após a sua produção em condições ambientais a 25°C e posteriormente em função do tempo com exposição térmica dos corpos de prova em 100°C, 150°C, 200°C, 240°C e 250°C.

Temperatura	Tempo	Traçã	ăo (N)	Alongamento (%)		
(°C)	(Dias)	Longitudinal	Transversal	Longitudinal	Transversal	
25	Inicial	897 ± 6	1078 ± 7	11,5 ± 0,5	16,7 ± 0,5	
400	30	863 ± 5	1035 ± 8	11,0 ± 0,4	16,0 ± 0,4	
	60	834 ± 7	993 ± 7	10,4 ± 0,3	15,4 ± 0,5	
100	90	802 ± 6	957 ± 6	9,8 ± 0,3	14,5 ± 0,4	
	120	778 ± 5	923 ± 6	$9,2 \pm 0,4$	13,7 ± 0,4	
	30	850 ± 6	992 ± 6	10,5 ± 0,3	15,5 ± 0,7	
150	60	808 ± 7	945 ± 5	10,0 ± 0,3	14,6 ± 0,5	
150	90	777 ± 6	907 ± 4	$9,3 \pm 0,4$	13,8 ± 0,4	
	120	745 ± 5	878 ± 5	8,7 ± 0,3	12,8 ± 0,3	
	30	817 ± 6	951 ± 5	$10,2 \pm 0,4$	14,8 ± 0,5	
200	60	770 ± 5	888 ± 5	$9,3 \pm 0,3$	13,6 ± 0,6	
200	90	733 ± 4	852 ± 6	8,6 ± 0,2	12,6 ± 0,4	
	120	700 ± 4	820 ± 4	8,0 ± 0,3	11,7 ± 0,3	
	30	747 ± 6	900 ± 6	$9,4 \pm 0,3$	$14,0 \pm 0,4$	
240	60	665 ± 5	800 ± 6	$8,3 \pm 0,4$	12,1 ± 0,3	
240	90	612 ± 4	745 ± 5	$7,6 \pm 0,3$	11,0 ± 0,4	
	120	572 ± 6	708 ± 6	$7,0 \pm 0,3$	10,0 ± 0,3	
	30	493 ± 5	635 ± 4	$6,0 \pm 0,2$	$9,0 \pm 0,4$	
250	60	296 ± 4	362 ± 3	3,3 ± 0,3	5,3 ± 0,3	
200	90	186 ± 3	220 ± 3	$2,0 \pm 0,2$	2,9 ± 0,2	
	120	112 ± 3	140 ± 2	$1,2 \pm 0,1$	1,6 ± 0,1	

Tabela 5.3 - Resultados de tração e alongamento em PI, antes e após exposição térmica.



Figura 5.12 - Resultados longitudinais para a PI em função do tempo após exposição térmica.



Figura 5.13 - Resultados transversais para a PI em função do tempo após exposição térmica.

Os resultados de tração e alongamento em 240°C sofreram uma redução média próxima a 10% mensais. Já para um excesso de 10°C acima da temperatura máxima indicada para a PI, ocorreu uma redução média mensal de 40% para a tração e 45% no alongamento, reprovando o material em condição térmica excessiva de 250°C.

Constatou-se que a temperatura máxima de 240°C indicada por Donovan (1985), realmente é o limite para não tecido de PI, pois os valores de resistência à tração e alongamento, no sentido longitudinal e transversal, não sofreram variação significativa em quatro meses de exposição térmica. A baixa resistência mecânica em não tecido é um indicativo que pode proporcionar um rasgo na estrutura do cartucho, devido ao processo de limpeza ser por jato de ar pulsante, o que causaria a emissão de particulados.

Os valores de tração e alongamento estão maiores na transversal, coerentes

com a construção do não tecido, onde a menor distância entre as fibras ocorre neste sentido, conforme apresentado na Tabela 5.1.

Deve-se considerar que na prática a temperatura em processos industriais não é continua, pois ocorrem variações térmicas e paradas de produção. Para as condições reais da aplicação do filtro cartucho neste estudo, entre 150°C e 200°C, ocorreram reduções mensais de 5% para tração e 6,5% para alongamento. Condição plenamente satisfatória para o não tecido de PI ser utilizado como meio filtrante em filtro cartucho.

5.3.5. Simulação de Filtração

Os resultados da simulação de filtração em não tecidos de 350 g/m² de PAN, PES e PI são apresentados respectivamente nas Figuras 5.14, 5.15 e 5.16, que mostram a influência da perda de carga residual nos ciclos de limpeza em diferentes velocidades de limpeza (7, 12 e 17 cm/s) e temperatura do gás (frio e quente). A figura menor, interna dentro de cada gráfico, identifica a fase inicial de cada modo de limpeza, período de compactação e formação da camada de pó. Os resultados completos para cada material são apresentados nos Apêndices D, E, F, G, H e I com os dados de massa passante, massa retida, pressão final e permeabilidade.



Figura 5.14 - Perda de carga residual versus número de ciclos de limpeza em diferentes velocidades de limpeza e temperatura do gás para a PAN.



Figura 5.15 - Perda de carga residual versus número de ciclos de limpeza em diferentes velocidades de limpeza e temperatura do gás para o PES.



Figura 5.16 - Perda de carga residual versus número de ciclos de limpeza em diferentes velocidades de limpeza e temperatura do gás para a PI.

Os primeiros ciclos de limpeza mostram um comportamento semelhante de filtração em profundidade para a PAN e PES, até aproximadamente 300 ciclos, quando começa a formação da camada de pó superficial, estabilizando a perda de carga do sistema. Esta saturação com maior queda de pressão da PAN e PES é justificada pela abertura maior dos poros nestes dois não tecidos, verificados por MEV nas Figuras 5.7 e 5.8, portanto, necessitando de um número maior de ciclos de limpeza até o começo da filtração superficial. Esta mesma consideração também foi discutida nos trabalhos de Tanabe (2008), pois particulados penetram mais profundamente em não tecidos mais abertos. Já para a PI a estabilização da pressão ocorreu com 250 ciclos de limpeza, pois além da estrutura dos poros serem mais fechadas, a geometria multilobal da fibra retém mais eficientemente os particulados, pela maior área de contato entre fibra/partícula.

A segunda fase nos gráficos é identificada como filtração superficial, com perda de carga estabilizada entre 300 a 2000 ciclos de limpeza. Conforme Song, Park e Lee (2006), neste período é a camada de torta de pó que realiza a filtração, não ocorre mais no interior das fibras do não tecido, por já estarem saturadas de pó. A menor velocidade de limpeza, 7 cm/s, apresentou a maior perda de carga, devido a provável deficiência na retirada dos particulados aderidos superficialmente. Isso levou a acreditar que o saturamento seria com menores ciclos de limpeza, o que na prática não se confirmou, ocorrendo à estabilização da pressão praticamente no mesmo número de ciclos de 12 e 17 cm/s. Este comportamento foi observado no trabalho de Tieni (2005), onde foi constatado que analisar somente a massa retida não justifica o comportamento apresentado pela perda de carga residual.

O último período de filtração entre 2000 a 10000 ciclos é a fase de aumento constante de perda de carga com comportamento linear de curva, devido ao acúmulo superficial de particulados. A filtração superficial tem a característica de acumular maior quantidade de partículas durante o processo de filtração, e consequentemente, torna mais fácil a remoção de partículas durante o processo de limpeza e aumento de perda de carga progressivo. De acordo com Calle et al. (2002), a perda de carga residual está correlacionada ao acúmulo de partículas sobre a camada superficial do meio filtrante, pois a filtração não ocorre mais internamente.

Deve-se levar em conta que esta não é a condição original dos particulados para a aplicação industrial, pois é apenas uma fração dos finos com 7% que ficou retido no menor prato de 635 mesh, pois a metodologia deste ensaio exige particulados menores que 2,5 µm. Segundo Wakeman (2007), são as partículas pequenas que mais controlam a área superficial de filtração e influenciam na resistência específica da torta de filtração.

A filtração a quente apresentou menor oscilação de perda de carga para os três tipos de não tecidos, porém têm maior perda de carga residual ao final do ensaio, devido à característica do particulado ser material plástico. Pode-se concluir que ocorreu aglutinação entre as partículas de PEBD dificultando a limpeza dos mesmos e elevando a perda de carga para o PAN e PES. Esta condição de aderência e aglutinação entre os particulados é mais facilmente percebida para a simulação com a PI, que ocorreu a 240°C, conforme mostra a micrografia na Figura 5.17.



Figura 5.17 - Micrografia de aglutinação de particulados em PI.

A Figura 5.17 mostra que as partículas se aglutinam formando aglomerados no recobrimento do não tecido, que são menos aderentes sobre as fibras, pois facilmente é expulsa pelo jato de limpeza, resultando em menores perdas de carga para a PI. Callé et al. (2001), mostraram nos seus experimentos que a força de coesão dos particulados tem um papel importante na limpeza da torta. Quanto maior a força de coesão, maior o tamanho dos fragmentos de torta destacados. Portanto, esta condição caracteriza o processo de limpeza como fundamental para a eficiência da filtração e para elevar a vida útil do elemento filtrante.

5.3.5.1. Teste ANOVA

As médias e os intervalos de confiança de 95% para massa retida no ensaio de simulação para os três tipos de materiais, a frio e a quente, em três velocidades diferentes de limpeza são apresentados com os seus respectivos desvios padrões na Figura 5.18. Os valores completos em relação à média da massa retida e desvio padrão por grupos são mostrados no Apêndice J. Os resultados da análise de variância com três fatores (temperatura, limpeza e têxtil), avaliados pelo SAS, são mostrados na Tabela 5.4, onde se observa que а interação tripla LIMPEZA*TÊXTIL*TEMPERATURA é significativa (p < 0,05).



Figura 5.18 - Limites de confiança de 95% para massa retida pela ANOVA.

Fonte	Soma dos Quadrados	df	Valor Médio	F	Sig.
Modelo Corrigido	1,048 E6	17	61651,444	61651,444	0
Intercepto	399933,171	1	399933,171	399933,171	0
TÊXTIL	48351,649	2	24175,824	24175,824	0
TEMPERATURA	376,792	1	376,792	376,792	0
LIMPEZA	7907,774	2	3953,887	3953,887	0
TÊXTIL * TEMPERATURA	972,698	2	486,349	486,349	0
TÊXTIL * LIMPEZA	114,327	4	28,582	28,582	0
TEMPERATURA * LIMPEZA	9,802	2	4,901	4,901	0,010106
LIMPEZA*TÊXTIL*TEMPERATURA	22,902	4	5,726	5,726	0,000466
Erro	72,000	72	1,000		
Total	2,579 E790	90			
Total Corrigido	1048146,544	89			

Tabela 5.4 - Teste ANOVA pelo SAS dos efeitos entre grupos para massa retida.

(a) $R^2 = 1,000$ (R^2 ajustado = 1,000).

(b) Mínimos quadrados ponderados pelo inverso da variância.

A partir do resultado da ANOVA mostrado na tabela 5.4 foram feitas comparações múltiplas para os níveis combinados dos três fatores e observou-se diferença significativa entre praticamente todas as combinações dos níveis dos fatores. As únicas comparações possíveis em que não ocorreu diferença significativa em relação à deposição de massa entre as combinações de níveis testados são listadas abaixo:

- PAN frio 7 x PAN quente 7
- PAN frio 12 x PAN quente 12
- PAN frio 17 x PAN quente 17
- PES frio 12 x PES quente 12
- PES frio 17 x PES quente 17

Todas as outras comparações possíveis diferem significativamente ao nível de significância de 0,05. Para o têxtil de PI as médias diferem em relação ao PES e PAN, mostrando um nível sistematicamente mais alto para a massa retida nas diferentes combinações de velocidades de limpeza e temperatura.

5.3.5.2. Permeabilidade

Os resultados de permeabilidade nos ensaios de simulação de filtração em não tecidos de PAN, PES e PI e sua redução percentual em relação ao material limpo são apresentados na Tabela 5.5 e Figura 5.19.

Variáveis		PAN		PES		PI		
	Limpeza		Permeabilidade					
Temperatura	cm/s	L/min.dm ²	Red.%	L/min.dm ²	Red.%	L/min.dm ²	Red.%	
	0	345 ± 5	-	408 ± 7	-	253 ± 6	-	
Frio	7	265 ± 5	23,2	257 ± 7	37,0	228 ± 6	9,8	
	12	286 ± 4	17,1	280 ± 4	31,3	236 ± 4	6,7	
	17	327 ± 6	5,2	308 ± 6	24,5	245 ± 4	3,2	
Quente	7	255 ± 8	26,1	248 ± 7	39,2	224 ± 4	11,5	
	12	278 ± 6	19,4	273 ± 6	33,1	230 ± 1	9,1	
	17	277 ± 7	19,4	295 ± 8	27,7	242 ± 3	4,3	

Tabela 5.5 - Resultados de permeabilidade e redução % após o teste de simulação.

(a) Frio (0 m/s): permeabilidade inicial do material limpo a 25±1°C.

(b) Frio (7, 12 e 17 m/s): 25±1°C para todos não tecidos.

(c) Quente: 115±1°C para PAN, 150±1°C para PES e 240±1°C para PI.



Figura 5.19 - Variação da permeabilidade ao final da simulação de filtração.

Os resultados para PI apresentaram a menor variação de permeabilidade em relação ao material limpo, com 3,2% (frio e 17 cm/s) e 4,3% (quente e 17 cm/s), refletindo em baixa perda de carga ao final do ensaio de filtração. Conforme os estudos de Rud et al. (2007), os meios filtrantes com menor porosidade superficial alojam um menor número de partículas no seu interior. Esta conclusão é verificada nas medidas de caracterização dos têxteis (Tabela 5.2), onde a PI têm menores distâncias transversais e longitudinais entre as fibras, portanto, facilitando a deposição e retirada dos particulados quando da limpeza por jato de ar. Outra característica, já comentada, que contribui favorável para a baixa permeabilidade é formato multilobal da fibra de PI, com maior área de contato entre fibra/partícula.

Os resultados na PAN e PES mostram maior redução percentual em relação à permeabilidade inicial, respectivamente de 26,1% e 39,2% a quente e com velocidade de limpeza de 7 cm/s. Num primeiro momento poder-se-ia correlacionar esta condição ao maior acúmulo de particulados sobre os corpos de prova, porém isso não ocorreu. Os dados de retenção de massa de particulados, apresentados no apêndice B, identifica a maior deposição em massa para a PI. Portanto, conclui-se que a maior perda percentual de permeabilidade para a PAN e PES é devida a facilidade de deposição inicial de particulados finos no interior das fibras do não tecido, pois a maior distância entre as fibras (poros maiores) facilita o rápido saturamento pela filtração em profundidade, portanto maior perda de carga no sistema. Os estudos de Tognetti (2007), com a PAN e PES também apresentou um período maior de filtração interna, comparado a outros materiais, devido às diferenças de maior porosidade, obtendo maior resistência à permeabilidade ao ar.

5.3.5.3. Eficiência de Filtração

Os resultados de eficiência na simulação de filtração em não tecidos de PAN, PES e PI são apresentados na Tabela 5.6 e Figura 5.20.

Limpeza	Frio			Quente		
(cm/s)	PAN (%)	PES (%)	PI (%)	PAN (%)	PES (%)	PI (%)
7	99,51 ± 0,02	99,39 ± 0,04	99,96 ± 0,01	99,38 ± 0,03	99,20 ± 0,04	99,92 ± 0,01
12	99,41 ± 0,02	99,14 ± 0,05	99,90 ± 0,01	99,19 ± 0,05	98,98 ± 0,05	99,87 ± 0,01
17	99,21 ± 0,05	98,78 ± 0,04	99,87 ± 0,01	99,01 ± 0,05	98,72 ± 0,05	99,84 ± 0,01

Tabela 5.6 - Eficiência de retenção percentual na simulação de filtração.



Figura 5.20 - Eficiência de retenção na simulação de filtração.

A velocidade de limpeza apresentou uma variação significativa para cada tipo de não tecido, com maior retenção de particulados na PI a frio (29,0323 g) com 7 cm/s de limpeza e eficiência de 99,96%, conforme dados na Tabela 5.6 e Apêndice B, apresentados na Figura 5.20. Este valor de eficiência de retenção para a PI se enquadra dentro das necessidades para ser utilizada como material têxtil em filtros cartuchos, conforme recomendações de Komatsu e Assunção (2004).

Embora os melhores resultados de eficiência com não tecidos tenham sido conseguidos a frio (25°C), estes não são representativos, pois ocorrem somente no começo da filtração e a condição a quente é a utilizada em processos industriais para a filtração de particulados. Os resultados para a PI a quente (240°C) atingiram 99,92% com 7 cm/s e 99,87% com 12 cm/s, conforme mostra a Figura 5.20, sendo considerado valores representativos de retenção de particulados com a PI. Nesse sentido, tais resultados mostram-se superiores ao valor de 99,80% de eficiência de filtração para a PI a 235°C e 3 cm/s obtidos nos experimentos de Lupión et al. (2010).

A filtração a quente apresentou menor eficiência de filtração para os três tipos de não tecidos estudados. Segundo Innocentini (1997), o efeito da temperatura elevada e pressão elevada, afeta respectivamente a viscosidade dos gases e a permeabilidade do meio filtrante, principalmente para o mecanismo de impactação inercial em filtros cartuchos. Portanto, na simulação de filtração com a PI realizada a 240°C a viscosidade dos gases (μ) aumentou e a permeabilidade darciana (*K1*) diminui, termos vistos na Equação 3.4, como forças viscosas da equação de Forchleimer. Estas condições conjugadas elevam a variação de pressão do sistema e diminuem a eficiência de filtração com o passar do tempo, condição verificada na Figura 5.20 para a PI com 7 cm/s, com percentual de retenção de 99,96% a frio para 99,92% a quente, assim como para as outras velocidades de limpeza que seguem a mesma tendência.

5.4. Resina Epóxi

5.4.1. Análise Termogravimétrica

O termograma da resina epóxi preparada com DGEBA/agente de cura 1:1 é apresentada na Figura 5.21.



Figura 5.21 - Curvas de TGA/DTG da resina epóxi.

A Figura 5.21 mostra que o polímero se mantém termicamente estável até 263,12°C, quando começa a degradação em três etapas que vai até aproximadamente 500°C deixando um resíduo de 2,965%. A curva da DTG apresenta três picos de taxa de degradação térmica em 380,81°C, 395,31°C e 442,14°C. O inicio da degradação do composto credita-se ao agente de cura, devido as suas cadeias lineares. Já os dois últimos picos devem ser da resina DGEBA, devido às informações da Dow Química de ocorrer degradação até 400°C. Também foi observada uma pequena perda de massa, com pico máximo de 48,29°C, podendo ser atribuída a material volátil contida na mesma.

A degradação da resina epóxi é iniciada em 263,12°C (Figura 5.21), portanto, em condição térmica superior a degradação da fibra de PI, que ocorre em 252,52°C (Figura 5.4). Neste sentido evita-se a possibilidade de ocorrer à degradação da resina epóxi, em condições normais de operação para o filtro cartucho, visto que para o não tecido de PI a temperatura máxima de exposição é de 240°C, conforme recomendada por Donovan (1985).

Pode-se considerar que a temperatura de degradação da resina epóxi seja superior à encontrada, caso a metodologia fosse realizada com atmosfera oxidativa. Portanto, com melhor resultado ao determinado com atmosfera de nitrogênio.

5.4.2. Espectroscopia na Região do Infravermelho (FTIR)

Os espectros de FTIR na região espectral entre 4000 a 600 cm⁻¹ (MIR) da resina DGEBA, do agente de cura e da resina epóxi com formulação DGEBA/agente de cura 1:1 são mostrados respectivamente na Figura 5.22.



Figura 5.22 - Espectros FTIR: (a) resina DGEBA, (b) agente de cura, (c) formulação do epóxi.

Observa-se na formulação do epóxi, Figura 5.22-c, que o mecanismo de cura envolvendo a presença de aminas primárias ocorre à abertura do anel epóxi, gerando aminas secundárias e grupos hidroxila. Este processo aumenta a concentração de OH (banda 3351 cm⁻¹) e reduz a concentração de grupos epóxi (banda 917 cm⁻¹). Portanto, pode-se concluir que a cura da formulação de epóxi

proposta foi completa, indicando que houve reação do grupo epoxídico DGEBA e o agente de cura à base de poliaminoamida/amina, pela ausência de banda no espectro do composto. As semelhanças entre os espectros obtidos foram verificadas nos trabalhos de Romão et al. (2003), Romão et al. (2004) e Pessanha et al. (2008). A identificação das bandas da Figura 5.22 é apresentada nas Tabelas 5.7 a 5.9.

Banda (cm ⁻¹)	Identificação do grupo
3288	axial O – H
2922	alifático CH2 simétricos
2852	alifático CH3 assimétricos
1646, 1564	axial C – C de anéis aromáticos
1456	angular no plano da ligação CH2
1272	axial C – O aromático
1124	assimétrico da ligação C – O – H
917	assimétrica do anel, C – C se expande e C – O ocorre contração
830	simétrica no plano da ligação C – O – C

Tabela 5.7 - Identificação das bandas da resina DGEBA.

Tabela 5.8 - Identificação das bandas do agente de cura.

Banda (cm⁻¹)	Identificação do grupo
3504	axial N – H
2966, 2860	axiais alifáticos CH2
1764	simétrica C = O
1607	angular NH2
1455	axial C – N
826	angular simétrica N – H

Banda (cm ⁻¹)	Identificação do grupo
3351	axial O – H
2925, 2853	axial alifático CH2
1647	axial C – C de anéis aromáticos
1609	angular NH2
1460	axial C – N
828	angular simétrica N – H

Tabela 5.9 - Identificação das bandas da formulação do epóxi.

5.4.3. Calorimetria Exploratória Diferencial

O estudo de cura da resina epóxi, preparada com DGEBA/agente de cura 1:1, é mostrado pelo método dinâmico de DSC na Figura 5.23.



Figura 5.23 - Curvas de DSC da cura do epóxi a 25ºC.

É possível observar na Figura 5.23 que quanto maior é o tempo de cura do polímero menor é a área remanescente, mostrando o grau de extensão da cura. Observa-se que para alguns tempos (0, 2, 4 e 6), há uma região de transição vítrea onde ocorre um aumento na temperatura de transição vítrea, em que a Tg desloca-se até desaparecer, indicando com o decorrer da cura a perda de mobilidade das

cadeias. Após as curvas apresentam um pico exotérmico que passam por máximos variando entre 140 e 162°C com valor inicial de fluxo de calor, para a primeira curva, em 0,42 J/g e após ocorre redução na intensidade de calor com o aumento do tempo de reação. Este comportamento já era esperado, pois a cura da resina avança com o tempo proporcionando redução da entalpia que está sendo medida em relação ao material não reagido. Os resultados apresentados estão muito próximos dos estudos de Andrade et al. (2008), que mostraram que a resina DGEBA chegou a uma cura residual constante em 96 horas. Após a reação de cura se torna muito lenta.

5.4.4. Ensaio de Tração

Os resultados de tração em epóxi são apresentados em função das condições de preparo, comparação entre agentes de cura, teste térmico e envelhecimento.

5.4.4.1. Condições de Preparo

A Tabela 5.10 apresenta os resultados comparativos de tensão na ruptura, deformação máxima na ruptura e módulo de elasticidade com amostras preparadas em condições controladas (23±2°C e 50±5%) e em ambiente normal (25±5°C e 80±10%), variando a composição da resina epóxi. As formulações das misturas entre resina DGEBA/agente de cura são identificadas em função do percentual de agente de cura na composição do epóxi. A Figura 5.24 apresenta o acompanhamento da resina em condições normais.

Agente O m (MPa)		ε _r (%)		E (GPa)		
Cura (%)	Controlado	Normal	Controlado	Normal	Controlado	Normal
70	36,12 ± 0,70	35,38 ± 0,61	0,95 ± 0,16	0,92 ± 0,11	2,15 ± 0,18	2,22 ± 0,17
60	46,78 ± 1,26	46,06 ± 0,85	2,51 ± 0,10	$2,47 \pm 0,12$	2,55 ± 0,26	2,43 ± 0,16
50	54,66 ± 1,41	54,08 ± 1,31	4,23 ± 0,37	4,13 ± 0,25	3,95 ± 0,15	3,90 ± 0,13
40	27,71 ± 1,24	27,21 ± 1,18	28,61 ± 2,63	27,93 ± 2,33	$0,29 \pm 0,03$	0,30 ± 0,04
30	2,84 ± 0,29	2,80 ± 0,19	45,24 ± 6,71	44,64 ± 6,37	0,15 ± 0,02	0,14 ± 0,04

Tabela 5.10 - Propriedades mecânicas comparativas de preparo em ambiente controlado e normal.

Os resultados dos modos de preparação de resina epóxi em ambiente controlado e normal estão muito próximos, praticamente idênticos, portanto, para preparo industrial pode-se considerar desprezível a diferença. Esta condição é satisfatória para a produção industrial do cartucho em temperatura ambiente, visto que o controle de temperatura e umidade não altera as propriedades mecânicas da resina, afetando diretamente o custo de produção da mesma.

Concentrações de tensões causam fraturas em matérias, provocadas por descontinuidade no material, tais como fissuras, bolhas e defeitos. No caso de epóxi, ocorre a formação de microvazios durante o processo de cura. Uma solução para o problema é submeter ao vácuo o material que está sendo curado, porém existem dificuldades para tal em processo industrial, como o custo e a grande complexidade de se construir um sistema de vácuo adequado para conseguir uma alta eficiência. Como, o objetivo deste trabalho é obter um epóxi com baixo custo de fabricação, o uso de vácuo foi descartado.



Figura 5.24 - Tensão X Deformação em condições normal.

A curva tensão-deformação da resina epóxi preparada em condições normais de temperatura e umidade do ar, Figura 5.24, é caracterizada por duas regiões distintas: numa, o material apresenta um comportamento dúctil-frágil para as formulações com 70%, 60% e 50% de agente de cura, formando polímeros de aminas secundárias ou terciárias (COSTA; REZENDE; PARDINI, 1999). Na outra região, observa-se um comportamento plástico/tenaz para as composições com excesso de resina DGEBA (40% e 30% de agente de cura).

Na Figura 5.25 observa-se o epóxi fraturado após teste de tração, preparado com 50% de agente de cura. A micrografia ampliada em 200 vezes, mostra um rompimento com pouca formação de micro vazios. Esta composição de resina obteve os maiores valores de tensão na ruptura (54,08 MPa) e módulo de elasticidade (3,90 GPa). Conforme D'Almeida e Monteiro (1998), a condição de melhores resultados de tensão está associada ao maior grau de cura e aumento da densidade de ligações cruzadas, tornando o polímero mais fixo e frágil.



Figura 5.25 - Epóxi com 50% de agente de cura: (a) Corpo de prova rompido; (b) Micrografia do corpo de prova rompido.

O desvio padrão das medidas foi baixo, com exceção para as deformações máxima com 30% e 40% de agente de cura, devido à variação na ruptura plástica nos corpos de prova. Isso pode ser atribuído à estrutura do polímero, a qual apresenta microvazios maiores nessas formulações. A origem das microcavidades deve-se a etapa de preparo e cura, na qual há uma reação exotérmica, com formação de microbolhas na parte superficial das amostras, variando a resposta de deformação do epóxi no ensaio de tração. A aceleração da reação entre DGEBA e amina, pode ser atribuída aos grupos hidroxila secundários, que se formam gradualmente durante a reação, originando um éter conforme mostrado na Figura 3.15. Segundo Almeida (2005), define este mecanismo para formulações com excesso de epóxi.

A Figura 5.26 apresenta o corpo de prova rompido para a formulação com 30% de agente de cura e a micrografia ampliada em 200 vezes, onde se verifica microvazios maiores, comparados aos da Figura 5.25, e com algumas estruturas repuxadas.



Figura 5.26 - Epóxi com 30% de agente de cura: (a) Corpo de prova rompido; (b) Micrografia do corpo de prova rompido.

5.4.4.2. Comparativo entre Agentes de Cura

Os resultados da segunda avaliação por tração são apresentados na Tabela 5.11, pelas propriedades mecânicas de tensão na ruptura, deformação máxima na ruptura e módulo de elasticidade. Foi realizado o processo comparativo entre a formulação de resina epóxi escolhida, DGEBA/agente de cura 1:1 (50% de agente de cura) mostrado na Figura 5.24, com outras três diferentes composições de agentes de cura, usados normalmente com a resina DGEBA em temperatura ambiente: com 13% em peso de TETA (COSTA; LOPES; MONTEIRO, 2008); com 33% em peso de DDM (RIEGEL; FREITAS; SAMIOS, 1999) e com 10% em peso de DETA (ANDRADE et al., 2008).

Agente de Cura	σ _m (MPa)	ε _r (%)	(GPa)
TETA (13%)	56,63 ± 3,95	4,75 ± 0,56	2,45 ± 0,18
DDM (33%)	36,08 ± 2,45	5,12 ± 1,10	1,10 ± 0,09
DETA (10%)	74,26 ± 0,29	7,23 ± 0,77	2,09 ± 0,20
Poliaminoamida/Amina (50%)	54,08 ± 1,31	4,13 ± 0,25	3,90 ± 0,13

Tabela 5.11 - Propriedades mecânicas comparativas com outros agentes de cura.

Os resultados obtidos com o novo agente de cura para tensão e deformação máxima na ruptura, respectivamente foram 54,08 MPa e 4,13%, que estão muito

próximos dos valores de TETA com 56,63 MPa e 4,75%. Nos experimentos de Costa, Lopes e Monteiro (2008), usando a mesma formulação com TETA foram encontrados 58,11 MPa e 4,26%. Os valores do módulo de elasticidade com Poliaminoamida/Amina, apresentou o melhor resultado com 3,90 GPa comparados com os outros materiais. Como o módulo de elasticidade é uma medida de rigidez do polímero, ou seja, é a capacidade que o material tem de resistir às deformações, considera-se que as condições mecânicas do epóxi são consideradas muito boas para a aplicação como adesivo em cartucho.

5.4.4.3. Ensaio Térmico

A terceira série de tração para avaliar as propriedades mecânicas após a ação térmica em diferentes faixas (80°C, 160°C, 200°C, 240°C e 260°C) é apresentada na Figura 5.27. As misturas entre resina DGEBA/agente de cura são identificadas em função do percentual de agente de cura na composição do epóxi. Os valores completos e desvio padrão são mostrados no Apêndice K.



Figura 5.27 - Resultados do teste de tração após ação térmica.

Os gráficos de tensão, deformação e módulo de elasticidade mostram estabilidade nos seus resultados, respectivamente até 240°C, 200°C e 200°C, quando começa a queda acentuada com valores mínimos em 260°C. Pode-se concluir que estes resultados são devidos a proximidade com a degradação do polímero, que ocorre em 263,12°C (Figura 5.21) para a formulação com 50% de agente de cura.

Os corpos de provas avaliados após a aplicação do teste térmico apresentaram mudanças graduais de cor, conforme mostrados por fotografia na Figura 5.28. Quanto à cor ficou amarelo claro em 80°C, passando pelo marrom claro em 160°C, marrom escuro em 200°C, preto em 240°C e preto brilhante em 260°C. Esta mudança de coloração em resina epóxi com DGEBA também foi verificada nos estudos de Quintella et al. (2006).



Figura 5.28 - Corpos de prova após teste térmico a 80°C, 160°C, 200°C, 240°C e 260°C.

A Figura 5.28 mostra que ocorreram alterações de forma nos corpos de prova com rugosidade superficial e expansão de volume em 260°C. A degradação é um efeito físico de envelhecimento que causou plastificação e rugosidade, acompanhado pelo começo da carbonização do polímero. Esta mesma consideração já foi verificada nos estudos por Dé Nève e Shanahan (1993).

As observações de D'Almeida e Cella (2000), sobre o aumento da porosidade nos corpos de prova de epóxi submetidos a excesso térmico, levou a acreditar que em 260°C é indicativo da existência de eventuais capilares internos, interligando os vazios, pois ocorreu aumento de volume nesta faixa térmica. As micrografias

realizadas em corpos de prova submetidos a 260°C e após rompimento em teste de tração, com 50% de agente de cura, são mostradas na Figura 5.29 com aumento de 200 vezes, que comparadas com a Figura 5.25-b na mesma condição de aumento, confirmam o surgimento de vazios expandidos.



Figura 5.29 - Micrografias dos corpos de prova submetidos a 260ºC.

A Figura 5.30 mostra a avaliação térmica a 260°C no epóxi com 50% de agente de cura, complementada em protótipo metálico do cartucho. Verificou-se trinca superficial no molde e mesmo formato de vazios que micrografia da Figura 5.29, confirmando a degradação da resina. Embora tenham ocorrido trincas superficiais e degradação do polímero, não ocorreu o desprendimento da tela metálica de sustentação do têxtil, o que poderia facilitar o surgimento posterior de rasgos e furos no não tecido quando em uso.



Figura 5.30 - (a) Protótipo com trinca na resina; (b) Micrografia da trinca a 260ºC.

A Figura 5.31 mostra a avaliação térmica a 260°C em protótipo de cartucho preparado com epóxi (50% de agente de cura) e não tecido plissado de PI. Constatou-se expansão do volume do epóxi na base de fixação, trincas superficiais e brilho do polímero; mesma condição encontrada nos corpos de prova de tração a 260°C (Figura 5.28). A micrografia da trinca segue o mesmo formato de degradação e trinca da Figura 5.30-b. O não tecido de PI sofreu chamuscamento superficial, situação condizente com a análise de TGA da fibra (Figura 5.4), que identifica o começo da degradação do não tecido em 252,51°C.



Figura 5.31 - (a) Protótipo com trinca na resina; (b) Micrografia da trinca a 260°C.

Através das micrografias e características físicas dos corpos de prova submetidos à ação térmica, conclui-se que o limite de temperatura para utilizar o epóxi com 50% de agente de cura é até 240°C. A partir de 260°C começa aumentar a formação de bolhas internas e propagação de fraturas para o modo instável, devido à degradação dos constituintes químicos do polímero. Segundo Graça, D'Almeida e Darwish (1989), o surgimento de trincas advém de falhas pela geração de subprodutos voláteis que resultam de reações químicas internas ou amolecimento do polímero.

5.4.4.4. Ensaio de Absorção de Umidade

A quarta e última série de ensaios para avaliar a absorção de água em resina epóxi são mostrados na Tabela 5.12 e Figura 5.32. Os resultados de ganho de

massa nas cinco formulações são considerados em função do tempo de imersão. As composições do epóxi são identificadas em função do percentual de agente de cura na mistura com 30%, 40%, 50%, 60% e 70%.

Tempo Imersão	Tempo	Ganho de Massa nas Formulações (%)				
(dias)	(√dias)	30%	40%	50%	60%	70%
1	1,00	0,267±0,005	0,398±0,008	0,588±0,010	0,845±0,009	1,750±0,012
7	2,64	0,330±0,007	0,485±0,005	0,646±0,009	0,958±0,007	2,350±0,011
14	3,74	0,334±0,008	0,487±0,009	0,688±0,008	1,062±0,010	2,401±0,013
21	4,58	0,335±0,005	0,484±0,008	0,700±0,008	1,098±0,009	2,445±0,009
28	5,29	0,353±0,006	0,517±0,010	0,760±0,005	1,189±0,008	2,636±0,013
35	5,92	0,371±0,011	0,524±0,007	0,803±0,009	1,216±0,010	2,830±0,015
42	6,48	0,386±0,010	0,525±0,011	0,834±0,009	1,214±0,011	3,048±0,018
49	7,00	0,417±0,008	0,568±0,008	0,850±0,010	1,273±0,008	3,285±0,017
56	7,48	0,420±0,009	0,567±0,010	0,855±0,011	1,341±0,010	3,529±0,020
64	8,00	0,421±0,010	0,568±0,012	0,855±0,008	1,341±0,010	3,530±0,023

Tabela 5.12 - Resultados do ensaio de absorção de água.



Figura 5.32 - Curva de ganho de massa em função da raiz quadrada do tempo de imersão.

Observa-se na Figura 5.32, que no estágio inicial de todas as curvas existe uma relação praticamente linear, até o final do primeiro dia, entre a absorção de umidade e a raiz quadrada do tempo. Após ocorre uma fase pseudoequilíbrio, aproximadamente entre primeiro e o sétimo dia de imersão, pois isso é comportamento de absorção de umidade em baixa temperatura, conforme considerações de Perreux e Suri (1997), Zhou e Lucas (1995).

As composições com 30%, 40%, 50% e 60% de agente de cura apresentaram comportamento de absorção fickiana e estabilização após o sétimo dia do teste. A composição com 70% apresentou comportamento não fickiana, com formato em "S". Neste sentido pode-se concluir que a resina epóxi com 70% tem maior número de grupos polares na cadeia do polímero, devido às aminas em excesso, portanto, favorecendo a capacidade de absorção de água na formulação do polímero. Segundo Soles et al. (1998), a maior polaridade por adição de grupos amínicos favorece a absorção de umidade em epóxi. Estas observações vão de encontro ao aspecto dos corpos de prova para o ensaio de tração após imersão. Conforme o aumento percentual de agente de cura ocorreu o escurecimento gradativo do epóxi, mostrados com 35 e 64 dias de imersão nas Figuras 5.33 e respectivo aumento de massa de 2,83% e 3,53% nas formulações mais escuras com 70% de agente de cura. Segundo Hariharan e Peppas (1993), o efeito da absorção de umidade em polímeros termorrígidos resulta na plastificação e inchamento do material.



Figura 5.33 - Amostras com 30%, 40%, 50%, 60% e 70% de agente de cura, após imersão: (a) 35 dias; (b) 64 dias.

A Tabela 5.13 mostra os resultados dos ensaios de tração realizados nos corpos de prova após 64 dias de imersão em banho-maria. A Figura 5.34 compara os resultados das propriedades mecânicas após o banho de imersão aos obtidos no

preparo em condições normais (25±5°C e 80±10%) apresentados na Tabela 5.10. As composições do epóxi são identificadas em função do percentual de agente de cura na mistura com 30%, 40%, 50%, 60% e 70%.

Agente de Cura (%)	σ _m (MPa)	ε _r (%)	E (GPa)	
70	17,34 ± 0,42	0,33 ± 0,08	2,01 ± 0,13	
60	29,07 ± 1,21	1,78 ± 0,11	1,94 ± 0,11	
50	44,45 ± 1,02	1,15 ± 0,10	3,30 ± 0,16	
40	20,45 ± 0,96	22,41 ± 2,09	0,23 ± 0,05	
30	2,26 ± 0,12	35,71 ± 4,68	0,12 ± 0,03	

Tabela 5.13 - Propriedades mecânicas após 64 dias de imersão em banho-maria.

Os resultados da Tabela 5.13 estão muito próximos dos testes térmicos a 200°C e 240°C (Figura 5.27), principalmente para tensão, concordando com os trabalhos de Collings, Harvey e Dalziel (1993), onde o aumento na temperatura produz resultado de tração similar à absorção de umidade nos ensaios com epóxi.



Figura 5.34 - Propriedades mecânicas em condições normais e após 64 dias de imersão.

Comparando as curvas das propriedades mecânicas de absorção após 64 dias aos de preparo em condições normais, Figura 5.34, verifica-se que estão muito próximas das formulações com 30% e 40%, embora com resultados inferiores. Com 50% o epóxi apresentou os maiores valores de resistência à tensão e módulo de elasticidade; e a partir desta composição as diferenças ficam mais significativas, principalmente para a curva de tensão que alcança 18% de redução quando úmidas,

chegando a 37% de redução para a composição com 60% e diminuição de 51% na formulação com 70%. Portanto, justificam-se os menores valores de tensão nas formulações com maior percentual de amina, que transforma a estrutura do epóxi em polar e, portanto, mais aberta, formando multissítios de conexão por ligações de hidrogênio a molécula de água.

Após as quatro série de ensaios de tração realizada com cinco formulações de epóxi optou-se pela razão entre resina DGEBA/agente de cura 1:1 (50% de agente de cura na mistura), pelo conjunto dos resultados, mas principalmente pelos obtidos após ação térmica (Figura 5.27) e absorção de umidade (Figura 5.32), visto serem os mais significativos para aplicação em filtro cartucho, pois representam respectivamente a condição térmica de operação do equipamento e as intempéries climáticas de umidade e infiltrações de água no filtro.

5.4.5. Impacto Izod

Os resultados de resistência ao impacto em função da temperatura são apresentados na Tabela 5.14 e Figura 5.35, onde para 25°C corresponde às condições preparadas em ambiente normal, sem ataque térmico. As composições do epóxi são identificadas em função do percentual de agente de cura na mistura com 30%, 40%, 50%, 60% e 70%.

Agente de Cura (%)	Resistência ao Impacto (J/m)						
	25⁰C	80°C	160ºC	200°C	240ºC	260°C	
70	43,1 ± 2,4	38,1 ± 2,0	30,5 ± 2,9	16,0 ± 1,3	13,3 ± 1,4	11,2 ± 1,1	
60	105,2 ± 6,8	92,9 ± 5,5	45,2 ± 3,3	35,3 ± 2,5	24,9 ± 2,8	14,3 ± 0,8	
50	135,0 ± 7,2	128,6 ± 5,9	71,8 ± 6,2	49,5 ± 3,2	38,7 ± 3,2	22,9 ± 2,2	
40	209,5 ± 7,4	115,1 ± 6,1	32,8 ± 2,4	14,6 ± 1,0	11,0 ± 0,9	9,0 ± 0,7	
30	292,3 ± 7,7	242,1 ± 9,5	54,7 ± 3,5	10,2 ± 1,7	7,5 ± 1,8	6,3 ± 1,2	

Tabela 5.14 - Resultados de impacto izod.


Figura 5.35 - Resistência ao impacto X Temperatura.

Os resultados da resistência ao impacto a 25°C, Figura 5.35, são condizentes com os ensaios de tração, quais sejam, que a minimização do agente de cura na composição torna o epóxi mais tenaz, dificultando a ruptura dos corpos de prova, porém com menores valores de tensão na ruptura (Figura 5.24). Conforme Chaos-Morán et al. (2008), os materiais epóxis de alta resistência mecânica tem baixa resistência à fratura e, como consequência, a resistência remanescente dos mesmos em presença de trincas e defeitos é pequena.

Pode-se observar na Figura 5.35 que a diminuição da energia para romper os corpos de prova está relacionada ao aumento térmico. As formulações com 30% e 40% sofreram a maior queda na resistência, principalmente na faixa de uso para o filtro cartucho entre 100°C e 220°C, porém, nesta mesma zona térmica a composição com 50% apresentou os melhores resultados, com menor perda de resistência ao impacto. A menor resistência no teste de impacto para a formulação com 30% a 260°C já era esperado e é coerente aos resultados encontrados no ensaio de tensão com ataque térmico (Figura 5.27), devido às características do polímero com formação de microvazios e começo da degradação. A micrografia do corpo de prova com 30% a 260°C após rompimento em teste de impacto, mostrada na Figura 5.36, esta com muito próxima a Figura 5.29 em relação à estrutura de microvazios.



Figura 5.36 - Micrografia do corpo de prova rompido com 30% a 260°C.

Todos os corpos de provas que sofreram ataque térmico apresentaram características quebradiças no ensaio de impacto, conforme mostra a micrografia na Figura 5.37 (50% a 240°C), sendo que a maior parte da energia absorvida pelas amostras foi relacionada com a iniciação da trinca.



Figura 5.37 - Micrografia de corpo de prova rompido em teste de impacto izod (50% a 240°C).

Os corpos de provas avaliados após a aplicação do teste térmico em estufa, antes de realizar o teste de impacto izod, sofreram alteração de cor conforme mostrado na Figura 5.38. Porém, com 260°C ocorreu rugosidade superficial e expansão do volume, características de degradação do polímero. Estas eram condições esperadas, pois são as mesmas já comentadas no teste de tração (Figura 5.28).



Figura 5.38 - Amostras após a 80°C, 160°C, 200°C, 240°C e 260°C.

A composição com 50% apresentou o melhor comportamento de resistência ao impacto em relação às outras formulações, aproximadamente a partir de 150°C até 260°C pela Figura 5.35. Essa condição é determinante para a escolha desta formulação, pois esta é a principal zona térmica de operação para o cartucho em planta industrial. Embora que não exista o impacto direto do particulado com a resina, pois o epóxi fica na parte interna do cartucho e a filtração ocorre de fora para dentro, deve-se considerar que com o tempo de uso o não tecido de PI deve dar passagem de particulados e ocorrer emissão. Assim, pode ocorrer trinca no epóxi devido o choque dos particulados, embora que os testes de resina e não tecido tenham resistido ao efeito térmico, mas não se pode desconsiderar que este efeito acumulativo de impacto venha a ser prejudicial, pois a elevação térmica proporciona um epóxi em condição mais quebradiço. Portanto, a condição do impacto dos particulados deve aumentar quando os níveis de emissão tender a evolução nos seus resultados.

5.5. Cartucho

5.5.1. Unidade Experimental de Filtração

Os acompanhamentos pontuais da unidade experimental de filtros cartuchos de PAN, PES e PI são apresentados respectivamente nas Figuras 5.39, 5.40 e 5.41 com os valores de perda de carga e emissão de particulados em função de 100 ciclos de limpeza, variando a velocidades de filtração em 5, 10 e 15 cm/s. Na Tabela 5.15 são mostrados os resultados finais com os seus desvios padrões.

Limpeza	Perda de Carga (Pa)			Emissão de Particulados (mg/Nm ³)		
(cm/s)	PAN	PES	PI	PAN	PES	PI
15	530 ± 1	570 ± 2	338 ± 1	3,31 ± 0,09	3,74 ± 0,10	1,73 ± 0,08
10	328 ± 2	358 ± 2	202 ± 1	2,30 ± 0,08	2,56 ± 0,07	$0,84 \pm 0,04$
5	61 ± 1	68 ± 2	35 ± 1	0,61 ± 0,03	0,63 ± 0,03	0,27 ± 0,02

Tabela 5.15 - Resultados de pressão e emissão na unidade experimental de filtração.

(a) Emissão de particulados (mg/Nm³) em base seca e corrigido para 8% de oxigênio.



Figura 5.41 - Perda de carga e emissão de particulados para a PI.

Os modelos comparativos das curvas de filtração mostram a PI com melhor desempenho em relação ao PES e PAN, pois têm menor perda de carga e emissão de particulados. Os gráficos do PES e PAN apresentaram maiores oscilações entre ponto a ponto, característica de maior variabilidade na quebra da torta de particulados.

Nas curvas com 15 cm/s verificaram-se as maiores perdas de cargas residuais e até o número de ciclos estudados não foi suficiente para formar a torta de filtração, pois não ocorreu estabilização na curva de pressão. Portanto, conclui-se que é necessário um número maior de 100 ciclos para ocorrer o saturamento superficial, pois leva a acreditar que essa velocidade de filtração seja excessiva. Silva Neto (1996), estudando a remoção de tortas de tecidos de PES realizou ensaios de filtração com velocidades de 7 cm/s, 11 cm/s e 15 cm/s e concluiu que a porcentagem de massa desprendida da torta e a queda de pressão aumentam com a elevação da velocidade de filtração. Outros dois pesquisadores, Tanabe (2008) e Rodrigues (2006), concluíram que maiores velocidades apresentam um incremento na profundidade de deposição de partículas no interior do meio filtrante, bem como maior retirada de particulados da torta. Desta forma explica-se a razão do aumento na resistência do meio filtrante à passagem do ar, diminui a permeabilidade e acarreta em maiores valores de queda de pressão.

Para as curvas com 10 cm/s a perda de carga residual teve uma forte influência devido à deposição de partículas nas estruturas internas do meio filtrante, pois para o PES e PAN a estabilização da perda de carga ocorreu respectivamente em 358 e 328 Pa com 85 e 88 ciclos, por conseguinte a formação da camada de pó e começo da filtração superficial. Já na PI a estabilização ocorreu com menor pressão, 202 Pa, após 76 ciclos de limpeza. Estes resultados estão de acordo aos encontrados na simulação de filtração em não tecido de PI, Figura 5.16, onde também com menor ciclo de limpeza, se formou a torta de filtração. Segundo os estudos de Mauschitz et al. (2007), o aumento da perda de carga residual com maior número de ciclos prejudica o desempenho do não tecido, diminuindo a vida útil do meio filtrante. Portanto, conclui-se que a menor pressão para a PI é uma vantagem em relação aos outros materiais, que deve elevar a vida útil do cartucho. Pode-se justificar esta diferença para a PI devido à fibra ter um formato multilobal, com maior superfície filtrante e menor volume de poros em comparação ao PES e PAN, que possuem formato cilíndrico de fibra e estruturas mais abertas dos meios filtrantes.

As curvas com menor velocidade de 5 cm/s apresentaram os menores valores de perda de carga, que estão próximas a 50 Pa e formação da torta de filtração após 10 ciclos de limpeza, devido a maior acomodação das partículas no interior das fibras. A rápida saturação interna dos meios filtrantes e consequente formação da filtração superficial são devidas a menor quantidade de massa de particulados na corrente gasosa, pois, boa parte destes já precipitam na moega da estrutura do filtro, devido a menor perturbação de velocidade. Portanto, nesta velocidade de filtração os ciclos de limpeza arrastam menores quantidades de particulados. Os estudos de Tanabe (2008) e Teixeira et al. (2005), respectivamente com PES e PAN, mostraram que a deposição nos períodos iniciais de filtração não implicou nos entupimentos dos poros, mas numa distribuição mais homogênea das partículas no interior do não tecido. Os resultados são menores perdas de cargas residuais, tortas menos resistentes e uma maior eficiência de coleta de particulados com maiores tempos de vida útil do meio filtrante.

Para todos os gráficos estudados ocorreram uma curva inicial de emissão com pico máximo entre 5 a 8 ciclos de limpeza, que é devida a fase inicial de retenção de pó entre as fibras do não tecido, portanto, é justificável maior emissão nos primeiros ciclos até ocorrer à compactação interna, que ocorreu próximo a 20 ciclos de limpeza. Entretanto, para o PES e PAN com 15 cm/s a compactação ocorreu entre 35 a 40 ciclos, provavelmente devido ao excesso de velocidade de filtração que força os particulados com maior condição de arraste, devido à estrutura dos poros dos não tecidos de PES e PAN serem maiores em relação a PI (Tabela 5.1). Em relação às emissões de particulados avaliadas no final do teste, para as três velocidades, a PI apresentou menor emissão, praticamente três vezes inferior comparada ao PES e PAN.

A formação da torta de particulados, filtração superficial, para as curvas com 5 cm/s proporcionou a estabilização das emissões em níveis mais baixos, embora com maiores oscilações no PES, devido à maior facilidade na quebra da torta de filtração. Para a velocidade de 10 cm/s a estabilização das emissões para os três materiais, coincide com a equalização da perda de carga residual em número de ciclos de limpeza. Já para as curvas de 15 cm/s as emissões seguem a mesma tendência da perda de carga residual, com crescimento constante até o final do ensaio, pois não ocorreu a formação da torta de filtração, facilitando a emissão pelo interior do meio filtrante.

Altas velocidades de filtração proporcionam um pequeno tempo de filtração, porém com alta penetração das partículas no meio filtrante e fácil remoção da torta, além de aumentar a queda de pressão proporciona alta emissão de particulados, em consequência a vida útil do não tecido é menor. Para baixas velocidades de filtração o tempo de retenção das partículas é maior entre os poros do não tecido. Porém, a interação entre a partícula e fibra é reduzida superficialmente, facilitando a remoção da torta pela baixa adesão. A desvantagem é a baixa produtividade do sistema de filtração, porém com baixa emissão de particulados. Portanto, as melhores condições de velocidade de filtração estudadas para a PI estão próximas de 10 cm/s, onde os materiais se diferem pelas condições em limite de operação, resultante da compressibilidade da torta com pressão residual estabilizada próxima a 200 Pa e com baixo nível de emissão. Esta condição de velocidade tende a aumentar a vida útil do cartucho de PI quando em operação.

5.5.2. Teste Industrial

Os resultados do teste em cartucho de PI são apresentados em função das condições de operação em planta industrial no período de 25 meses, com monitoramento pelos controles de emissão, pressão diferencial e térmico.

5.5.2.1. Controle de Emissão

A Figura 5.42 mostra o acompanhamento da emissão de particulados do filtro de cartucho em planta de PEBD.



Figura 5.42 - Acompanhamento da emissão de particulados.

Os níveis de emissão de particulados, em base seca e com 8% de oxigênio, mantiveram-se constantes em 3 mg/Nm³ por aproximadamente seis meses entre

outubro/2009 a março/2010. Após começa um período de evolução gradual de emissão, até aproximadamente 16 mg/Nm³ em abril/2011, quando a declividade da curva se acentua.

O alarme de pico de emissão ajustado em 20 mg/Nm³ foi acionado em maio/2011. A emissão ao final do teste atingiu 32 mg/Nm³, valor dentro dos padrões recomendados pela legislação CONAMA nº 382/2006.

5.5.2.2. Controle de Pressão Diferencial

A Figura 5.43 apresenta o acompanhamento da pressão diferencial entre a câmara limpa e a câmara suja do filtro com os cartuchos em teste.



Figura 5.43 - Acompanhamento do controle de pressão diferencial.

A fase inicial de filtração em profundidade ocorreu em temperatura ambiente e pressão próxima a 25 Pa, com limpeza ajustada em função de tempo no Ecomatic, até a formação da torta de filtração. Na filtração superficial a limpeza foi ajustada por demanda de pressão, com operação entre 100 a 225 Pa até novembro/2010. Nos experimentos de Lupión et al. (2010), com PI em filtro de mangas a 220°C, chegou a uma variação da pressão diferencial entre 80 a 180 Pa. Portanto, muito próximas das encontradas para filtro cartucho de PI em teste industrial.

A evolução da pressão diferencial no filtro mostra duas fases distintas de filtração. A primeira de estabilização da pressão residual em 230 Pa, entre o início até a parada da produção em novembro/2010 e a segunda fase, após o retorno, de crescimento constante da pressão de 250 Pa até 525 Pa no final do teste. A elevação da pressão é característica de compactação superficial excessiva com tamanhos diferentes de particulados, condição similar foi verificada na simulação laboratorial, Figura 5.17, não sendo mais retirados pela limpeza. Portanto, restringindo a área de filtração e elevando a permeabilidade do meio filtrante.

O período de filtração entre outubro/2009 até maio/2011 foi com 10 cm/s. A velocidade foi diminuída para 8 cm/s em maio/2011, com estabilização de pressão próximo a 425 Pa até meados de julho/2011, onde ocorreu novo ajuste para 7 cm/s mantendo a pressão residual em 470 Pa até começo de setembro/2011. O último ajuste foi para 5 cm/s, mantendo a pressão próxima a 525 Pa até outubro/2011. O teste foi encerrado no começo de outubro/2011 devido a pouca velocidade e a perda de carga constante, pois seria necessário outro ajuste de fluxo, portanto com baixa produtividade no processo. De acordo com Callé et al. (2002), a perda de carga residual está correlacionada ao acúmulo de partículas sobre a camada superficial do meio filtrante, pois a filtração não ocorre mais internamente.

5.5.2.3. Controle Térmico

A Figura 5.44 mostra o acompanhamento térmico na entrada do filtro entre outubro/2009 a outubro/2011 após a colocação dos cartuchos.



Figura 5.44 - Acompanhamento da variação térmica na entrada do filtro.

A modulação das condições operacionais mostra uma temperatura média entre 100°C e 230°C, com alguns picos máximos próximos a 240°C. Nesta variabilidade térmica a resina epóxi e o não tecido de PI ficaram dentro do planejamento previsto, afastando o risco da degradação dos materiais.

O período inicial em outubro/2009 foi de adaptação do filtro com cartuchos em temperatura ambiente, para verificar a eficácia da filtração sem o efeito térmico depois de formada a torta superficial. Após aprovação elevou-se a temperatura do filtro para as condições normais do processo, por um período continuo até novembro/2010, quando ocorreu a parada do processo industrial. Após validação das condições dos 16 cartuchos de PI, que estavam em perfeitas condições de uso, elevou-se a temperatura do processo com os mesmos cartuchos em uso. Ao final de outubro/2011 foi terminado o teste industrial sem nenhum dano térmico nos elementos filtrantes.

A substituição de cartuchos PE por PI, alterando a condição térmica de 150°C para 240°C, possibilitou desligar os trocadores de calor do sistema de resfriamento, localizados antes do filtro, bem como o reaproveitamento da corrente gasosa limpa para o processo de produção de PEBD.

6. CONCLUSÕES

A partir da análise dos resultados obtidos nos testes realizados, as principais conclusões deste trabalho são apresentadas:

- A construção de um não tecido mais fechado para a PI, com menor distância entre as fibras em relação aos outros dois tipos de materiais pesquisados, aliado a estrutura multilobal da fibra, proporcionou melhor desempenho de filtração para particulados de PEBD.
- Os testes experimentais em não tecidos e filtro de cartuchos, apresentou condições mais favoráveis para a filtração de gases com a PI, visto as menores perdas de cargas e emissão de particulados.
- Os ensaios mecânicos de tração em resina epóxi indicaram a formulação ideal entre os compostos DGEBA e agente de cura na proporção 1:1. O tempo de cura entre os compostos atingiu 96 horas verificadas por DSC.
- Os ensaios de imersão em água a 60ºC mostrou que a composição entre DGEBA e agente de cura 1:1 apresenta perfil aproximado ao previsto pela Lei de Fick, com baixa absorção de umidade (0,85%) ao final de 64 dias de teste.
- Através dos ensaios térmicos em resina epóxi avaliado por tração, impacto izod e MEV, conclui-se que a formulação escolhida entre DGEBA e agente de cura 1:1 apresenta boa estabilidade térmica até 240°C. A análise termogravimétrica caracterizou em 263,12°C o começo da degradação do polímero.

- As avaliações realizadas com não tecido de PI para a filtração em altas temperaturas, alteração dimensional, inflamabilidade e ensaio de tração mostraram o limite térmico de operação até 240°C, visto que em 252,51°C tem início o processo de degradação da fibra.
- No planejamento de experimentos, verificou-se que tanto a velocidade de filtração quanto a velocidade de limpeza foram estatisticamente significativos nos efeitos de perda de carga, que variou em função do número de ciclos.
- Em relação ao maior acúmulo de particulado encontrado na superfície da PI, após simulação de filtração, não refletiu em diminuição da permeabilidade e perda de carga. O que caracteriza um modelo de filtração superficial, devido a curto tempo de deposição interna por filtração em profundidade. Essa condição de estrutura de não tecido propiciou uma melhor eficiência de filtração que atingiu 99,96%.
- O controle das emissões de particulados sempre esteve sob controle nos experimentos laboratoriais, bem como no teste industrial, onde alcançou um limite próximo a 43% do permitido, com 32 mg/Nm³, visto que o limite máximo é de 75 mg/Nm³, conforme a resolução CONAMA 382/2006.
- Conseguiu-se estender a aplicação industrial do filtro cartucho de PI por cerca de dois anos, embora a necessidade inicial da DAK Américas fosse para um ano. Após o começo da elevação da perda de carga, ao final de um ano de aplicação, conseguiu-se controlar as condições de operação do filtro com diminuições constantes da velocidade de filtração.
- Para elevar a vida útil do cartucho de PI sugere-se utilizar baixos valores de velocidade de filtração e espaçar os ciclos de limpeza em tempos maiores possíveis, desde que não afete a perda de carga do sistema de filtração.

7. PROPOSTAS PARA TRABALHOS FUTUROS

- Realizar os ensaios de simulação de filtração variando as condições de taxa de alimentação de pó, velocidade do gás e medir a distribuição granulométrica passante de particulado pelo não tecido.
- Utilizar o filtro cartucho de PI desenvolvido para outros tipos de tecnologias de filtração de particulados.
- Avaliar a mesma formulação de resina epóxi, entre DGEBA e gente de cura, para outros processos industriais em materiais que exijam a condição térmica elevada até 240°C.
- Avaliar o filtro cartucho de PI desenvolvido para filtração de gases em condições mais agressivas, ácidas e alcalinas, para validar a aplicação da resina epóxi preparada.
- Utilizar outros tipos de não tecidos em filtro cartucho com a mesma razão de resina epóxi estudada, para temperatura inferior a estudada, para filtração de outros tipos de particulados.

8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AGUIAR, M. L.; TANABE, E. H.; RICCO JUNIOR, E.; RODRIGUES, K. B. Study of the profundity of particles penetration in different fabric filters. In: 10 World Filtration Congress, 2008, Leipzig-Germany. **Anais...** Leipzig-Germany , 2008.

AKCELRUD, L.; **Fundamentos da ciência dos polímeros**. 1. ed. Barueri: Manole, 2007. 306 p.

ALLEN, T. **Particle size measurement.** 2. ed. New York: Chapman & Hall, 1997. 272 p.

ALMEIDA, C. N. Propriedades mecânicas e térmicas do sistema epóxi DGEBA/Etilenodiamina modificado com nanoplataformas de silsesquioxano substituídas com grupos ésteres. 2005. 81 f. Dissertação (Mestrado em Ciências dos Materiais)-Pós-Graduação em Engenharia, UEP, Ilha Solteira, 2005.

AL-OTOOM, A. Y. Prediction of the collection efficiency, the porosity, and the pressure drop across filter cakes in particulate air filtration. Atmospheric Environment, v. 39, p. 51-57, 2005.

ANDRADE, H. P. C.; DINIZ, M. F.; AZEREDO, M. F. P.; CASSU, S. N.; LOURENÇO, V. L.; DUTRA, R. C. L. Comportamento de cura de adesivo epoxídico contendo grupo mercaptana avaliado por espectroscopia no infravermelho (MIR/NIR) e calorimetria exploratória diferencial. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v. 18, n. 4, p. 359-365, 2008.

APICELLA, A.; MIGLIARESI, C.; NICODEMO, L.; NICOLAIS, L.; IACCARINO, L.; ROCCOTELLI S. Water sorption and mechanical properties of a glass-reinforced polyester resin. **Composites**, v. 13, n. 4, p. 406-410, 1982.

ASSCHE, G. V.; HEMELRIJCK, V.; RAHIER, H.; MELE, V. Modulated temperature differential scanning calorimetry: Cure, vitrification, and devitrification of thermosetting systems. **Thermochimica acta**, p. 304-305, 1997.

ASTM D-256, Standard Test Methods for Determining the Izod Pendulum Impact Resistance of Plastic, 2010.

ASTM D-638, Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics, 2010.

ASTM D-1921, Standard Test Methods for Particle Size of Plastic Materials, 2006.

ASTM D-3418, Standard Test Methods for Transition Temperatures and Enthalpies of Fusion and Crystallization of Polymers by Differential Scanning Calorimetry, 2008.

ASTM D-5229, Standard Test Method for Moisture Absorption Properties and Equilibrium Conditioning of Polymer Matrix Composite Materials, 2010.

ASTM D-6370, Standard Test Method for Rubber-Compositional Analysis by Thermogravimetry (TGA), 2009.

ASTM D-6830-02, Standard Test Method for Characterizing the Pressure Drop and Filtration Performance of Cleanable Filter Media, 2008.

AZEVEDO, S. G. R. **Estudo da influência do formato das partículas na operação de filtração de gases**. 2009. 197 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química)-Pós-Graduação em Engenharia Química, UFSC, São Carlos, 2009.

BAIRD, C. Química Ambiental. 2 ed. Porto Alegre: Bookman, 2002. 622 p.

BAKER, J. F. No binder required to create composite media. **Filtration & Separation**, v. 38, n. 3, p. 26-28, 2001.

BARBARINI, F. L. **Membranas de peneira molecular de carbono obtidas pela pirólise de poliimidas ramificadas**. 2010. 73 f. Dissertação (Mestrado em Química)-Pós Graduação em Química, USP, São Carlos, 2010.

BARNETT, T; Improving the performance of fabric filter dry dust collection equipament. **Filtration & Separation**, v. 37, n. 2, p. 28-32, 2000.

BARROS, P. M. Estudo da força de adesão de tortas de filtração de gases em diferentes condições operacionais. 2010. 150 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química)-Pós Graduação em Engenharia Química, UFSC, São Carlos, 2010.

BARROS NETO, B.; SCARMINIO, I. S.; BRUNS, R. E. **Como fazer experimentos:** pesquisa e desenvolvimento na ciência e na indústria. 2 ed. Campinas: UNICAMP, 2003. 416 p.

BARSEMA, J. N.; KLIJNSTRA, S. D.; BALSTER, J. H.; VAN DER VEGT, N. F. A.; KOOPS, G. H.; WESSLING, W. Intermediate polymer to carbon gas separation membranes based on Matrimid PI. **Journal of Membrane Science**. v. 238, p. 93-102, 2004.

BARTOLOMEO, P.; CHAILAN, J. F.; VERNET, J. L. Curing of cyanate ester resin: a novel approach based on FTIR spectroscopy and comparison with other techniques. **Eur. Polym. J.**, v. 37, p. 659, 2001.

BIAGINI, A. B.; MARCON, T. G.; SCHMIDT, T. M.; AMICO, S. C.; FORTE, M. M. Avaliação de propriedades físicas, térmicas e mecânicas de formulações epóxi em diferentes condições de cura. In: 17 Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, Foz do Iguaçu, 2006. **Anais...** Foz do Iguaçu, 2006.

BS 4790, Method for determination of the effects of ignition on textile floor coverings, 1987.

CADENATO, A.; SALLA, J. M.; RAMIS, X.; MORANCHO, J. M.; MARROYO, L. M.; MARTÍN, J. L. Determination of gel and vitrification times of thermoset curing process by jeans of TMA, DMTA and DSC techniques. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, Budapeste, v. 49, p. 269-279, 1997.

CALLISTER JR., W. D. Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução, 7. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2008. 705 p.

CALLÉ, S.; BÉMER, D.; THOMAS, D.; CONTAL, P.; LECLERC, D. Changes in the performance of filter media during clogging and cleaning cycles. **Ann. Occup. Hyg**, v. 45, n. 2, p. 115-121, 2001.

CALLÉ, S.; CONTAL, P.; THOMAS, D.; BÉMER, D.; LECLERC, D. Descriptions of the clogging and cleaning cycles of filter media. **Powder Technology**. v. 123, p. 40-52, 2002.

CÂNDIDO, G. M.; ALMEIDA, S. F. M.; REZENDE, M. C. Processamento de laminados de compósitos poliméricos avançados com bordas moldadas. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**. n. 10, p. 31-41, 2000.

CERON, L. P.; EINLOFT, S. M. O.; SEFERIN, M. Avaliação do processo de secagem de não tecidos de pet na fabricação de palmilhas para calçados, por curvas exotérmicas e índice de flexão. **Química Têxtil**, n. 98, p. 30-34, 2010.

CHAOS-MORÁN, R.; GUDE, M. R.; ESCALERA, M. D.; UREÑA, A. Comportamento mecânico de materiales compuestos nanoreforzados epóxi/nanofibras de carbono. In: 24º Mecânica de La Fracture, Sigüenza, 2008. **Anais...** Sigüenza, 2008.

CHEN, F.; SUN, T.; HONG. S.; MENG, K.; HAN, C. C. Layered structure formation in the reaction-induced phase separation of epoxy/polyimide blends. **Macromolecules**, v. 41, n. 20, p. 7469-7477, 2008.

CHIU, Y. C.; CHOU, I. C.; TSAI, H. C.; RIANG, L.; MA, C. C. M. Morphology, Thermal and mechanical properties of the polyhedral oligomeric silsesquioxane sidechain epoxy hybrid material. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 118, p. 3723-3732, 2010.

CHOUDHARY, V.; JAIN, P.; VARMA, I. K. Effect of structure on thermal behaviour of epoxy resins. **European Polymer Jornal**, v. 39, p. 181-187, 2003.

CHUNG, S.; KIM, S. Y. Soluble polyimides from unsymmetrical diamine with trifluoromethyl pendent group. **Macromolecules**, v. 33, p. 3190-3193, 2000.

CLARK, G. Design considerations of needlefels used for air filtration applications. **The Journal of the Filtration Society**, v. 1, 2001.

COLLINGS, T. A.; HARVEY, R. J.; DALZIEL, A. W. Use of elevated temperature in the structural testing of FRP components for simulating the effects of hot and wet environmental exposure. **Composites**, v. 24, n. 8, p. 625-634, 1993.

COSTA, L. L.; LOPES, F. P. D.; MONTEIRO, S. N. Comportamento mecânico à tração do sistema epóxi DGEBA/TETA para diferentes formulações da razão estequimétrica. In: 18 Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, Porto de Galinhas, 2008. **Anais...** Porto de Galinhas, 2008.

COSTA, M. L.; REZENDE M. C.; PARDINI, L. C. Métodos de estudo da cinética de cura de resinas epóxi. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, n. 2, p. 37-44, 1999.

CUNHA, J. A. P.; COSTA, M. L.; REZENDE, M. C. Influência de diferentes condições higrotérmicas na resistência à tração de compósitos de fibra de carbono/epóxi modificado. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**. v. 16, n. 3, p. 193-201, 2006.

D'ALMEIDA, J. R. M.; CELLA, N. Analisy of fracture behavior of epoxy resins under impact conditions. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 77, p. 2486-2492, 2000.

D'ALMEIDA, J. R. M.; MONTEIRO, S. N. The influence of the amount of hardener on the tensile mechanical behavior of an epoxy system. **Polymers for Advanced Technologies**, v. 9, n. 3, p. 216-221, 1998.

DÉ NÈVE, B.; SHANAHAN, M. E. R. Water absorption by an epoxy resin and its effct on the mechanical properties and infra-red spectra. **Polymer**, v. 34, p. 5099-5105, 1993.

DIAS, T. A eficiência do filtro cartucho. **Meio Filtrante**, São Bernando do Campo, v. 5, n. 23, p. 23-26, 2006.

_____. Indústria de borracha livre de particulados. **Meio Filtrante**, São Bernando do Campo, v. 7, n. 32, p. 32-36, 2008.

DICKENSON, C. **Filters and Filtration Handbook**. 3 ed. Oxford: Elsevier Advanced Technology, 1994.

DONOVAN, R. P. **Fabric filtration for combustion sources**. New York: Marcel Dekker, 1985. 426 p.

DOW QUÍMICA. **Product Information - D.E.R. 331 Epoxy Resin:** february 00. [Toronto], 2000. 8 p.

DULLIEN, F. A. L. Introduction to industrial gas cleaning. San Diego: Academic Press, 1989. 285 p.

FEITOR, M. C. Efeito antibacteriano de tecidos têxteis revestidos por prata através da técnica de deposição por plasma. 2010. 115 f. Tese (Doutorado em Engenharia de Matérias)-Pós-Graduação em Ciências e Engenharia de Materiais, UFRN, Natal, 2010.

FREITAS, N. L. Estudo de filtros cerâmicos de dupla camada para filtração de aerossóis em altas temperaturas. 2003. 131 f. Tese (Doutorado em Engenharia Química)-Pós-Graduação em Engenharia, UFSC, São Carlos, 2003.

FREITAS, N. L.; GONÇALVES, J. A. S.; INNOCENTINI, M. D. M.; COURY, J. R. Development of a double-layered ceramic filter for aerosol filtration ah high-temperatures: The filter collection efficiency. **J. Hazardous Mater**. v. 136, p. 747, 2006.

FREITAS, N. L.; MANEIRO, M. G.; COURY, J. R. Estudo da permeabilidade de filtros cerâmicos de aerossol em altas temperaturas. **Projeções**, v. 21, p. 29-38, 2003.

FREITAS, N. L.; MANEIRO, M. G.; COURY, J. R. Filtração de aerossóis em altas temperaturas utilizando filtros cerâmicos de dupla camada: influência do diâmetro de partícula na eficiência de coleta. **Cerâmica**, v. 50, p. 355-361, 2004.

FREITAS, N. L.; SALVINI, V. R.; INNOCENTINI, M. D. M.; PANDOLFELLI, V. C.; COURY, J. R. Desenvolvimento de filtros cerâmicos para filtração de gases a altas temperaturas: Estudo da Permeabilidade. In: XIV Congresso Brasileiro de Engenharia Química, 2002, Natal. **Anais...** Natal, 2002.

FRISING, T; THOMAS, D; CONTAL, P; BÉMER, D; LECLERE, D. Influence of filter fibre size distribution on filter efficiency calculations. **Trans Icheme**, v. 81, p. 1179-1184, 2003.

GACÉN, J.; GACÉN, I. Fibras de Alta Tecnologia. Química Têxtil, v. 26, n. 71, p. 17-34, 2003.

GARCIA, F. G.; MIGUEZ, E.; SOARES, B. G. Caracterização do Sistema Éter Diglicidílico do Bisfenol A/Poliaminas Alifáticas, **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v. 15, n. 4, p. 261-267, 2005.

GIUGNO, I. C. R. Estudo do envelhecimento físico de sistemas epoxidílicos estequiométricos DGEBA/DDM através de análise térmica. 1997. 208 f. Dissertação (Mestrado em Química)-Pós-Graduação em Química, UFRGS, Porto Alegre, 1997.

GONÇALEZ V.; SOARES, B. G.; BARCIA, F. L.; ABREU, R. G. P. Propriedades mecânicas e morfológicas de resina epoxídica modificada com polióis e de seus compósitos com fibra de carbono. In: 17 Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciências dos Materiais, 2006, Foz do Iguaçu. **Anais...** São Paulo, 2006. p. 3953-3964.

GONZÁLES, G. F.; MIGUEZ, E.; SOARES, B. G. Caracterização do sistema éter diglicidílico do bisfenol A/poliaminas alifáticas. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v. 5, n. 4, p. 261-267, 2005.

GRAÇA, M. L. A; D'ALMEIDA, J. R. M.; DARWISH, F. A. I. Micromecanismos de fratura em resinas epóxi. **Revista Brasileira de Ciências Mecânicas**, v. 11, n. 2, p. 133-146, 1989.

HARDMANN, E. Filter media selection, science or black art. The Jornal of the Filtration Society, v. 1, 2001.

HARIHARAN, D.; PEPPAS, N. A. Swelling of ionic and neutral polymer networks in ionic soluctions. **Journal of Membrane Science**, n. 78, p. 1-12, 1993.

HONG, M. S.; CHUNG, I. J. The cure behaviour of vinyl ester with low profile additivel, I. Cure kinetics and TTT cure diagram. **Polymer Journal**, v. 23, n. 6, p. 747-755, 1991.

INNOCENTINI, M. D. M. Filtração de gases a altas temperaturas. 1997. 266 f. Tese (Doutorado em Engenharia Química)-Pós-Graduação em Engenharia, UFSC, São Carlos, 1997.

INNOCENTINI, M. D. M.; RODRIGUES, V. P.; ROMANO, R. C.; PILEGGI, R. G.; SILVA, G. M.; COURY J. R. Permeability optimization and performance evaluation of hot aerosol filters made using foam incorporated alumina suspension. **Journal of Hazardous Materials**, v. 162, p. 212-221, 2009.

JESUS, M. S. **Desenvolvimento de um Compósito Polímero-Metal à Base de Resina Epóxi para Aplicações em Moldes Rápidos**. 2005. 102 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais)-Pós-Graduação em Engenharia de Materiais, UFSC, Florianópolis, 2005.

JIAWU, G.; KUI, S.; MONG. G. Z. The cure behavior of tetraglycidyl diaminodiphenyl methane with diaminodiphenyl sulfone. **Termochimica Acta**, v. 352, p. 153, 2000.

KASPER, G.; REMBOR, H. J. Fibrous Filters - Measurements of spatial distribution of deposited mass, pressure drop and filtration efficiency. World Congress on Particle Technology 3, 1996.

KOMATSU, C. E.; ASSUNÇÃO, J. V. **Tecnologia de controle da poluição do ar para material particulado, gases, vapores e odores e verificação de sistemas**. São Paulo: CETESB, 2004. 83 p.

LANGE J.; ALTMANN N.; KELLY C. T.; HALLEY P. J. Understanding vitrification during cure of epoxy resins using dynamic scanning calorimetry and rheological techniques. **Polymer**, v. 41, p. 5949-5955, 2000.

LEE, G. Y.; DHARAN, C. K. H.; RITCHIE, R. O. A physically-based abrasive wear model for composite materials. **Wear**, v. 252, n. 3, p. 322-331, 2002.

LEITE, E. A. Avaliação dos riscos ocupacionais provocados pela resina epóxi aos trabalhadores do Setor de Mármores e granitos de Cachoeiro de Itapemirim-ES. 2007. 102 f. Monografia (Especialização em Péricia Médica)-Faculdade de Medicina, UGF, Vitória, 2007.

LEUBNER, H.; RIEBEL, U. Pulse jet cleaning of textile and rigid filter mediacharacteristic parameters. **Chem. Eng. Technol**, v. 27, p. 652-661, 2004.

LEVY NETO, F.; PARDINI, L. C. **Compósitos Estruturais: Ciência e Tecnologia**. 1 ed. São Paulo: Edgard Blücher, 2006. 336 p.

LIAO, K., TAN, E. Y. M. Insitu tensile strength degradation of glass fiber in polymer composite, **Scripta Materialia**, v. 44, n. 5, p. 785-789, 2001.

LIONETTO, F.; RIZZO, R.; LUPRANO, V. A. M.; MAFFEZZOLI, A. Phase transformation during the cure of unsatured polyester resins. **Materials Science & Engineering A**, v. 370, p. 284-287, 2004.

LISBOA, E. F. A. **Uma abordagem multi-escala para o cálculo da permeabilidade longitudinal de meios porosos fibrosos randômicos**. 2001. 190 f. Dissertação (Mestrado em Ciências em Engenharia Mecânica)-Pós-Graduação em Engenharia, UFRJ, Rio de Janeiro, 2001.

LIU, Y. L.; CHANG, G. P. Novel approach to preparing epoxy/polyhedral oligometric silsesquioxane hybrid materials posse sing high mass fraction of polyhedral oligometric silsesquioxane and good homogeneity. **Polymer Science**, v. 44, p. 1869-1876, 2006.

LO, L. M.; HU, S. C.; CHEN, D. R.; PUI, D. Y. H. Numerical study of pleated fabric cartridges during pulse-jet cleaning. **Powder Technology**, v. 198, p. 75-81, 2010.

LORA, E. E. S. Prevenção e Controle da Poluição nos Setores Energético, Industrial e de Transporte. Rio de Janeiro: Interciência, 2002. 481 p.

LUPIÓN, M.; ORTIZ, F. J. G.; NAVARRETE, B.; CORTÉS, V. J. Assessment performance of high-temperature. **Fuel**, v. 89, p. 848-854, 2010.

MATTESON, M. J. Filtration: Principles and Practices. 1 ed. New York: Marcel Dekker, 1987. 736 p.

MAUSCHITZ, G.; RUD, H.; HÖFLINGER, W. Particle deposition in the depth of nonwoven dust filter media and is effect on the clogging. In: Filtech Conference, Wiesbaden, 2007. **Anais...** Wiesbaden, 2007.

MAZALI, C. A. I. Resina termofixa: Uma revisão sobre sua cinética de reação de reticulação ou cura. **Imapes**, Sorocaba: Imapes, v. 5, n. 5, p. 39-48, 2007.

MELLO, R. L. S. **Estudo do mecanismo eletroforético de coleta na filtração de aerossóis**. 2007. 122 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química)-Pós-Graduação em Engenharia, UFSC, São Carlos, 2007.

MERDAS, I.; THOMINETTE, F.; THARKHTCHI, A.; VERDU, J. Factores governing water absorption by composite matrices, **Composites Science and Technology**, v. 62, p. 487-492, 2002.

MINGUILLÓN, M. C.; ARHAMI, M.; SCHAUER, J. J.; SIOUTAS, C. Seasonal and spatial variations of sources of fine and quasi-ultrafine particulate matter in neighborhoods near the Los Angeles-Long Beach harbor. **Atmospheric Environment**, v. 42, p. 7317, 2008.

MONTEIRO, S. N.; MENEZES, G. W.; SKURY, A. L.; LOPES, F. P. D.; RODRIGUEZ, R. J. S.; BOBROVNITCHII, G. S. Propriedades mecânicas e termomecânicas de compósitos com partículas de diamante dispersos em matriz epoxídica modificada na razão resina/endurecedor. **Jornal Matéria**, v. 11, n. 4, p. 385-394, 2006.

MOREIRA, E. A.; COURY, J. R. The influence of structural parameters on the permeability of ceramic foams. **Braziliam Journal of Chemical Engineering**, v, 21, p. 23-33, 2004.

MORONI, L. G. et al. (Org.). **Manual de não-tecidos:** classificação, identificação e aplicações. 3. ed. São Paulo: ABINT, fev. 2005.

NBR 10004, Resíduos Sólidos - Classificação, 2004.

NBR 10701, Determinação de pontos de amostragem em dutos chaminés de fontes estacionárias, 1989.

NBR 11966, Efluentes gasosos em dutos e chaminés de fontes estacionárias - Determinação da velocidade e vazão, 1989.

NBR 12019, Efluentes gasosos em dutos e chaminés de fonte estacionárias - Determinação de materiais particulados, 1990.

NBR 12827, Efluentes gasosos com o sistema filtrante no interior de duto ou chaminé de fontes estacionárias, 1993.

NBR 12984, Não tecido - Determinação da massa por unidade de área, 2009.

NBR 13041, Não tecido - Determinação da resistência à tração e alongamento, 2004.

NBR 13371, Não tecido - Determinação da espessura, 2005.

NBR 13706, Não tecido - Determinação da permeabilidade ao ar, 1996.

NBR 14356, Não tecido - Determinação da alteração dimensional, 1999.

NOHARA, L. B.; KAWAMOTO, A. M.; WILLS, M.; REZENDE, M. C. Comportamento térmico de poliimida obtida da imidização de ácido poliâmico. In: 7 Congresso Brasileiro de Polímeros, Belo Horizonte, 2003. **Anais...** Belo Horizonte, 2003.

NOHARA, L. B.; KAWAMOTO, A. M.; TAKAHASHI, M. F. K.; WILLS, M.; NOHARA, E. L.; REZENDE, M. C. Síntese de um poli(ácido âmico) para aplicação como interfase em compósitos termoplásticos de alto desempenho. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v. 14, p. 122-128, 2004.

NOHARA, L. B.; PETRACONI F., G.; NOHARA, E. L.; KLEINKE, M. U.; REZENDE, M. C. Evaluation of Carbon Fiber Surface Treated by Chemical and Cold Plasma Processes. **Materials Research**, v. 8, n. 3, p. 281-286, 2005.

NOHARA, L. B.; KAWAMOTO, A. M.; TAKAHASHI, M. F. K.; NOHARA, E. L. On the use of BTDA-Bis-P polyamic acid as interphase in high performance thermoplastic composites. **Ciências Exatas**, Taubaté, v. 13, n. 1, p. 39-47, 2007.

OSSWALD, T. A.; MENGES, G. **Materials science of polymers for engineers**. Cincinnati: Hanser/Gardner Publications, 1995, p. 251-381.

PAIVA, J. M. F.; MAYER, S.; CÂNDIDO, G. M.; REZENDE, M. C. Avaliação da temperature de transição vítrea de compósitos poliméricos reparados de uso aeronáutico. **Ciência e Tecnologia**, v. 16, n. 1, p. 79-88, 2006.

PALINI, E. Performance & Availability of P84/PTFE filter bags on waste to energy plants. In: 10 International conference on High Temperature Filtration, Leogang, 2011. **Anais...** Leogang, 2011.

PASCAULT, J. R.; SAUTEREAU, H.; VERDU, J.; WILLIAMS, R. J. J. **Thermosetting Polymers**. New York: Marcel Dekker, 2002, 496 p.

PEREIRA, C. P.; RODRIGUES, M. V. A.; BARCIA, F. L.; SOARES, B. G. Avaliação das propriedades de compósitos de resina epoxídica reforçada com fibra de vidro: efeito de diferentes diluentes. In: 17 Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciências dos Materiais, 2006, Foz do Iguaçu. **Anais...** São Paulo, 2006.

PERREUX, D.; SURI, C., A. Study of the Coupling the Phenomena of Water Absorption and Damage in Glass/Epoxy Composite Pipes. **Composites Science and Technology**, v. 57, p. 1403-1413, 1997.

PESSANHA, M. C. R.; DIAS, D. P.; FIGUEIRA, M.; PARANHOS, R. P. R.; FARIAS, O. L. Caracterização de tubo e adesivo utilizados em tubulações de plástico reforçado com fibras de vidro aplicados em plataformas marítimas. **Ciência e Tecnologia**, v. 18, n. 1, p. 70-75, 2008.

PIRES, G.; PEREIRA, D. S.; DIAS FILHO, N. L.; VECCHIA, G. D. Caracterização físico-química e mecânica do sistema éster de silsesquioxano/resina epóxi DGEBA/dietilenotriamina. **Matéria**. v. 10, p. 317-330, 2005.

PURSLOW, D. Matrix fractography of fibre-reinforced thermoplastics, Part 3. Tensile, compressive and flexural failure. **Composites**, v. 19, n. 5, p. 358-366, 1988.

QIAN, F.; WANG, H. Study of the filtration performance of a plain ware fabric filter using response surface methodology. **Journal of Hazardous Materials**, v. 176, p. 559-568, 2009.

QUINTELLA, C. M.; MACEDO, M. A.; PEPE, I. M.; FRIEDRICH, L. A.; MUSSE, A. P. S.; LIMA, A. M. V.; SILVA, R. M.; JUNIOR, L. C. S.; SILVA, E. B. Baking conditions of epoxy lining (modified DGEBA) to inhibit paraffin deposits. In: Rio Oil & Gas Expo and Conference 2006, 2006, Rio de Janeiro. **Anais...** Bahia: UFBA, 2006.

RENNER TÊXTIL. Manual Técnico de Fibras. 3. ed., Cachoeirinha: Renner Têxtil, 2009.

RESOLUÇÃO CONAMA 382, Limites máximos de emissão de poluentes atmosféricos para fontes fixas, 2006.

RIEGEL, I. C.; FREITAS, L. L.; SAMIOS, D. Envelhecimento físico de sistemas DGEBA/DDM investigado por análise térmica (DSC/DMA). **Polímeros: Ciência e Tecnologia**. v. 9, n. 3, p. 58-64, 1999.

ROCHA, S. M. S. Estudo da influência da velocidade e dos ciclos de filtração na formação da torta na limpeza de gases em filtro de mangas. 2010. 143 f. Tese (Doutorado em Engenharia Química)-Pós-Graduação em Engenharia Química, UFU, Uberelândia, 2010.

RODRIGUES, A. C. M. Estudo da formação e remoção de tortas de filtração de filtração de gases em filtros de tecido de polipropileno e de algodão. 2004. 123 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química)-Pós-Graduação em Engenharia, UFSC, São Carlos, 2004.

RODRIGUES, K. B. Filtração de gás: estudo da decomposição de diferentes tortas de filtração em diferente meios filtrantes. 2006. 230 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química)-Pós-Graduação em Engenharia, UFSC, São Carlos, 2006.

ROMÃO, B. M. V.; DINIZ, M. F.; AZEREDO, M. F. P.; LOURENÇO, V. L.; PARDINI, L. C.; DUTRA, R. C. L.; BUREL, F. Caracterização por FT-IR de Agentes de Cura Utilizados em Resinas Epoxídicas-II-Polimercaptana, Poliaminoamida e Amina Modificada. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**. v. 13, n. 3, p. 173-180, 2003.

ROMÃO, B. M. V.; DINIZ, M. F.; PARDINI, L. C.; DUTRA, R. C. L. Aplicação de FT-MIR e FT-NIR ao estudo de reação de cura de sistemas epoxídicos. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**. v. 14, n. 3, p. 142-149, 2004.

ROSU, D.; CASCACAL, C. N.; MUSTATA, F.; CIOBANU, C. Cure kinetics of epoxy resins studied by non-isothermal DSC data. **Thermochimica Acta**. v. 383, n. 1-2, p. 119-227, 2002.

RUD, H.; MAUSCHITZ, G.; HOFLINGER, W. Transmitted-light microcopy - A new method for surface structure analysis of cleanable non-woven dust filter media. **Journal of Hazardous Materials**, v. 144, n. 3, p. 742-746, 2007.

SALEEM, M.; KRAMMER, G. Effect of filtration velocity and dust concentration on cake formation and filter operation in a pilot scale jet pulse bag filter. **Journal Hazardous Materials**, v. 44, p. 677-681, 2007.

SHACKELFORD, J. F. Introduction to materials science for engineers, 7. ed. New Jersey: Pearson Prentice Hall, 2008. 878 p.

SHIGUE, C. Y.; ABREU, M. M. S. P.; MARQUES, A. C. M.; NETO, NETO, A. A. F.; BALDAN, C. A.; ROBIN, A. L. M.; FILHO, E. R. Análise Dielétrica como ferramenta para o estudo e desenvolvimento de resinas e compósitos epoxídricos. In: 17 Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciências dos Materiais, 2006, Foz do Iguaçu. **Anais...** São Paulo, 2006. p. 8137-8139.

SILVA NETO, O. G. S. **Desempenho de um filtro de manga operando na remoção de partículas de ar**. 1996. 122 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química)-Pós-Graduação em Engenharia, UFSC, São Carlos, 1996.

SOBRINHO, L. L. **Desenvolvimento de matriz polimérica para material compósito visando o reforço de dutos de aço**. 2005. 120 f. Dissertação (Mestrado em Ciências em Engenharia Metalúrgica e de Materiais)-Pós-Graduação de Engenharia, UFRJ, Rio de Janeiro, 2005.

SOHN, M. S.; HU, X. Z. Comparative-study of dynamic and static delamination behavior of carbon fibre/epoxy composite laminates **Composites**, v. 26, n. 12, p. 849-858, 1995.

SOLES, C. L.; CHANG, F. T.; BOLAM, B. A.; HRISTOV, H. A.; GIDLEY, D. W.; YEE, A. F. Polymer Physics: Parte B. **Journal of Polymer Science**, v. 36, p. 3035, 1998.

SONG, C. B.; PARK, H. S.; LEE, K. W. Experimental study of filter clogging with monodisperse PSL particles. **Powder Technology**, v. 163, n. 3, p. 152-159, 2006.

SOUZA, A. F.; CHAVES, A. L. Control of the Industrial Gas Polluting Waste. **Technologia**, v. 5, n. 2, p. 83-106, 2004.

STEFFENS, J.; COURY, J. R. Collection efficiency of fiber filters operating on the removal of nano-sized aerosol particles: I – Homogeneous fiber. **Separation and Purification**, v. 58, p. 99-105, 2007.

TANABE, E. H. **Estudo do comportamento da deposição das partículas em diferentes meios filtrantes**. 2008. 152 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química)-Pós-Graduação em Engenharia Química, UFSCar, São Carlos, 2008.

TEIXEIRA, D.; SILVA, T. A. L.; TIENE, E. F.; AGIAR, M. L. Filtração de gases: estudos do fenômeno da limpeza por blocos em um filtro de acrílico. In: VI Congresso Brasileiro de Engenharia Química em Iniciação Científica, 2005, Campinas. **Anais...** Campinas, 2005. p. 14-21.

THEODORE, L.; BUONICORE, A. J. **Air Pollution Control Equipament:** Particulates. v. 1, Florida: CRC Press, 1988. 184 p. THOMAS, D.; PENICOT, P.; CONTAL, P.; LECLERC, D.; VENDEL, J. **Clogging of fibrous filter by solid aerosol particles**. Experimental and modeling study. Chemical Engineering Science, v. 56, p. 3549-3561, 2001.

TIENI, R. F. **Filtração de Gases: Estudo do Fenômeno da Limpeza por Blocos**. 2005. 155 f. Tese (Doutorado em Engenharia Química)-Pós-Graduação em Engenharia Química, UFSCar, São Carlos, 2005.

TOGNETTI, E. R. Influência das condições operacionais na formação e remoção de tortas de filtração de gases. 2007. 191 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química)-Pós-Graduação em Engenharia, UFSC, São Carlos, 2007.

TOMAZZONI, F. Economia de ar comprimido nos filtros de manga do sistema de despoeiramento de alumina da empresa Alunorte - Alumina do Norte do Brasil S.A. 2007. 128 f. Graduação (Faculdade em Engenharia)-Departamento de Engenharia Química, PUCRS, Porto Alegre, 2007.

TRENHOLM, A.; MYCOCK, J.; MCKENNA, J.; KOSUSKO, M. The Evolution of Improved Baghouse Filter Media as Observed in the Environmental Technology Verification Program. In: 101 Annual Conference Air & Waste Management Association, 2008. **Anais...** Portland, 2008.

VDI 3926, Testing of filter media for cleanable filters Standard test for the evaluation of cleanable filter media. Düsseldorf, Germany, 2003.

VENTEC. Manual Técnico de Instalação, Operação e Manutenção de Filtro Cartucho. 3. ed. Indaiatuba: VENTEC, 2008.

WANG, H.; ZHANG, Y.; ZHU, L.; DU, Z.; ZHANG, B. Curing behaviors and kinetics of epoxy resins with a series of biphenyl curing agents having different methylene units. **Thermochimica Acta**, v. 521, p. 18-25, 2011.

WAKEMAN, E. R. The influence of particle properties on filtration. **Separation Purification Tecnology**, v. 58, p. 234-241, 2007.

WETTON, R. E.; MARSH, R. D. L.; VAN-DE-VELDE, J. G. **Thermochimica Acta**, v. 175, p. 1-11, 1991.

ZHOU, J.; LUCAS, P. J. The effects of a water environment on anomalous absorption behavior in graphite/epoxy composites. **Composites Science and Technology**, v. 53, p. 57-64, 1995.

LISTA DE PUBLICAÇÕES E PARTICIPAÇÃO EM CONGRESSOS

ARTIGOS

CERON, L. P.; EINLOFT, S. M. O.; LIGABUE, R. A. Simulação de filtração de particulados de polietileno em cartuchos de poliacrilonitrila copolímero, poliéster e poliimida aromática. **Meio Filtrante**, v.52, p.36-42, 2011.

CERON, L. P.; EINLOFT, S. M. O.; LIGABUE, R. A. Influência de diferentes condições térmicas avaliadas para resistência de não tecido de pollimida. **Meio Filtrante**, v.53, p.18-21, 2011.

CERON, L. P.; EINLOFT, S. M. O.; LIGABUE, R. A. Resistência térmica de não tecido construído com fibra de poliimida aromática. **Química Têxtil**, v.104, p.50-56, 2011.

CERON, L. P.; EINLOFT, S. M. O.; LIGABUE, R. A.; FACHEL, J. Estudo multifatorial da velocidade de limpeza em não tecidos por metodologia VDI 3926. **Meio Filtrante**, v.54, p.24-30, 2012.

CERON, L. P.; EINLOFT, S. M. O.; LIGABUE, R. A.; FACHEL, J. Permeabilidade de não tecidos como medida de eficiência em filtração de particulados. **Meio Filtrante**, v.55, p.38-42, 2012.

CERON, L. P.; EINLOFT, S. M. O.; LIGABUE R. A.; FACHEL, J. Simulação de filtração multifatorial em não tecidos de poliimida, poliéster e poliacrilonitrila. **Química Têxtil**, v.106, p.70-77, 2012.

CONGRESSOS

CERON, L. P.; EINLOFT, S. M. O.; LIGABUE, R. A. Avaliação térmica de não tecidos de poliimida aromática para filtro cartucho plissado. 2009. Pôster. In: **IV Mostra de Pesquisa de Pós-Graduação da PUCRS**. Porto Alegre. 2009.

CERON, L. P.; EINLOFT, S. M. O.; LIGABUE, R. A. Avaliação térmica de não tecidos de poliimida aromática para filtro cartucho plissado. 2009. Pôster. In: XLIX CBQ - Congresso Brasileiro de Química. Porto Alegre. 2009

CERON, L. P.; EINLOFT, S. M. O.; LIGABUE, R. A.; LOPES, N. F. Comportamento mecânico à tração da resina epóxi DGEBA/poliaminoamida e amina para diferentes formulações da razão estequiométrica. 2010. Apresentação Oral. In: **V Mostra de Pesquisa de Pós-Graduação da PUCRS**. Porto Alegre. 2010.

CERON, L. P.; EINLOFT, S. M. O.; LIGABUE, R. A.; LOPES, N. F. Evaluation of mechanical tensile strength of DGEBA epoxy resin for different formulations with polyaminoamide and amine curing agent. 2010. Pôster. In: XII IMC - Internacional Macromolecular Colloquium; 7th ISNAPOL - International Symposium on Natural Polymers and Composites. Gramado. 2010.

CERON, L. P.; EINLOFT, S. M. O.; LIGABUE, R. A.; LOPES, N. F. Estudo da influência da concentração do agente de cura no comportamento mecânico à tração da resina epóxi DGEBA. 2010. Apresentação Oral. In: **XII CECEM - Congresso de Estudantes de Ciências e Engenharias de Materiais**. Porto Alegre, 2010.

CERON, L. P.; EINLOFT, S. M. O.; LIGABUE, R. A.; LOPES, N. F. Propriedades mecânicas da resina epóxi DGEBA com poliaminoamida e amina comparadas com outros agentes de cura. 2010. Pôster. In: **XVIII SBQSul - Encontro de Química da Região Sul**. Curitiba. 2010.

CERON, L. P.; EINLOFT, S. M. O.; LIGABUE, R. A.; LOPES, N. F. Caracterização por espectroscopia no infravermelho de uma resina epóxi DGEBA com um novo agente de cura de poliamonoamida e amina alifática. 2010. Pôster. In: **19**^o **CBECiMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciências dos Materiais**. Campos do Jordão. 2010.

CERON, L. P.; EINLOFT, S. M. O.; LIGABUE, R. A.; LOPES, N. F. Controle da filtração de particulados usando cartucho plissado de poliimida. 2011. Pôster: In: **3º Fórum Internacional de Resíduos Sólidos**. Porto Alegre. 2011.

CERON, L. P.; EINLOFT, S. M. O.; LIGABUE, R. A Study of physical and mechanical properties of non-woven aromatic polyimide subjected to thermal action. 2011. Pôster. In: **X SBPMat - Encontro da Sociedade Brasileira de Pesquisa em Materiais**. Gramado. 2011.

CERON, L. P.; EINLOFT, S. M. O.; LIGABUE, R. A.; LOPES, N. F. Estudo do envelhecimento acelerado de resina epóxi DGEBA avaliado por teste de tração. 2011. Pôster. In: **11º CBPol - Congresso Brasileiro de Polímeros**. Campos do Jordão. 2011.

CERON, L. P.; EINLOFT, S. M. O.; LIGABUE, R. A.; LOPES, N. F. Avaliação das propriedades mecânicas de resina epoxídica submetidas a altas temperaturas usando teste por impacto izod. 2011. Pôster. In: **11º CBPol - Congresso Brasileiro de Polímeros.** Campos do Jordão. 2011.

CERON, L. P.; EINLOFT, S. M. O.; LIGABUE, R. A.; LOPES, N. F. Avaliação mecânica de resina epóxi DGEBA preparada com agente de cura misto e exposição em altas temperaturas. 2011. Pôster. In: **11º CBPol - Congresso Brasileiro de Polímeros**. Campos do Jordão. 2011.

CERON, L. P.; EINLOFT, S. M. O.; LIGABUE, R. A. Estudo da formação e remoção de tortas de filtração de gases com particulado de polietileno em filtros cartuchos de não tecidos de poliimida aromática, poliéster e acrílico. 2011. Pôster. In: **XXXV ENEMP - Congresso Brasileiro de Sistemas Particulados**. Vassouras. 2011.

CERON, L. P., EINLOFT, S. M. O., LIGABUE, R. A. Estudo da velocidade de limpeza em tortas de particulado de polietileno em não tecidos de poliimida aromática, poliéster e acrílico copolímero. 2011. Oral. In: **XXXV ENEMP - Congresso Brasileiro de Sistemas Particulados**. Vassouras. 2011.

APÊNDICES

Temperatura (ºC)	Alteração Dimensional (%)
50	0,01 ± 0,00
55	$0,02 \pm 0,00$
60	0,05 ± 0,01
65	0,15 ± 0,02
70	0,22 ± 0,03
75	0,31 ± 0,03
80	$0,40 \pm 0,04$
85	$0,47 \pm 0,03$
90	0,55 ± 0,03
95	$0,63 \pm 0,04$
100	0,71 ± 0,05
105	0,80 ± 0,06
110	0,89 ± 0,07
115	$0,95 \pm 0,07$
120	1,04 ± 0,08
125	1,11 ± 0,08
130	1,19 ± 0,09
135	1,28 ± 0,09

APÊNDICE A - Alteração dimensional da PAN em função da temperatura.

Temperatura (⁰C)	Alteração Dimensional (%)
65	$0,01 \pm 0,00$
70	0,01 ± 0,00
75	$0,02 \pm 0,00$
80	$0,03 \pm 0,00$
85	0,07 ± 0,01
90	0,13 ± 0,02
95	$0,20 \pm 0,02$
100	0,26 ± 0,03
105	0,31 ± 0,02
110	0,38 ± 0,03
115	$0,46 \pm 0,03$
120	$0,55 \pm 0,04$
125	$0,63 \pm 0,04$
130	$0,72 \pm 0,04$
135	$0,80 \pm 0,06$
140	$0,89 \pm 0,06$
145	0,95 ± 0,08
150	1,05 ± 0,08
155	1,08 ± 0,09
160	1,16 ± 0,08
165	1,22 ± 0,09
170	1,29 ± 0,10

APÊNDICE B - Alteração dimensional do PES em função da temperatura.

Temperatura (⁰C)	Alteração Dimensional (%)
150	$0,01 \pm 0,00$
155	0,01 ± 0,00
160	0,02 ± 0,00
165	0,02 ± 0,00
170	0,03 ± 0,00
175	0,04 ± 0,00
180	0,05 ± 0,00
185	0,06 ± 0,01
190	0,07 ± 0,01
195	0,08 ± 0,01
200	0,09 ± 0,01
205	0,10 ± 0,02
210	0,12 ± 0,02
215	0,14 ± 0,03
220	0,16 ± 0,02
225	0,19 ± 0,02
230	0,23 ± 0,02
235	0,32 ± 0,03
240	0,45 ± 0,04
245	0,60 ± 0,05
250	0,79 ± 0,06
255	-0,33 ± 0,07
260	-0,85 ± 0,10

APÊNDICE C - Alteração dimensional da PI em função da temperatura.

Limpeza (cm/s)	Massa Passante (g)	Massa Retida (g)	Pressão Final (Pa)	Permeabilidade. (L/min.dm ²)
7	7,8950	16,4124	595	265
	7,2256	16,7680	600	260
	6,9867	17,2822	607	255
	7,1132	16,9706	603	255
	7,2345	16,4356	596	265
12	9,5678	13,9442	465	290
	9,0067	14,3919	460	288
	8,4524	14,6789	456	280
	8,8895	14,4142	460	285
	8,9562	14,3955	460	285
	12,0045	11,2185	329	310
	11,1090	11,2121	326	313
17	12,4534	11,2445	332	300
	12,6784	11,2409	330	305
	11,0023	11,1345	323	315

APÊNDICE D - Simulação de filtração com PAN a frio (25±1°C).

•				
APENDICE E ·	 Simulação 	de filtração com	PAN a quente ((115±1⁰C).

Limpeza (cm/s)	Massa Passante (g)	Massa Retida (g)	Pressão Final (Pa)	Permeabilidade. (L/min.dm ²)
7	9,3345	16,3413	625	260
	9,0123	16,6639	635	250
	8,8900	17,3045	640	245
	9,0433	16,5764	628	255
	10,2345	16,1023	620	265
12	12,0056	14,2770	520	275
	13,7549	13,8850	505	285
	12,1532	14,1890	515	280
	12,2345	14,1734	513	280
	11,3451	14,6598	525	270
	13,5524	11,3313	345	270
	14,7846	11,2546	340	275
17	15,5783	10,9436	335	277
	15,0234	11,2251	337	280
	15,8904	10,8345	330	290

Limpeza (cm/s)	Massa Passante (g)	Massa Retida (g)	Pressão Final (Pa)	Permeabilidade. (L/min.dm ²)
C7	9,3428	18,6234	620	260
	9,1345	18,7562	622	258
	8,7569	19,0180	630	253
	8,1340	19,4102	635	247
	10,2341	18,5523	615	265
	13,5672	15,6579	500	280
	13,7689	15,5235	500	280
12	12,9537	15,9092	502	280
	11,7568	16,2234	505	275
	13,1236	15,5853	495	285
	18,7646	12,4357	335	315
	17,5671	12,5105	345	300
17	19,2217	12,3948	340	310
	18,2450	12,4910	340	305
	18,3567	12,4709	340	310

APÊNDICE F - Simulação de filtração com PES a frio (25±1°C).

APÊNDICE G - Simulação de filtração com PES a quente (150±1°C).

Limpeza	Massa Passante	Massa Retida	Pressão Final	Permeabilidade.
(cm/s)	(g)	(g)	(Pa)	(L/min.dm²)
	12,7852	18,3345	655	255
	11,5424	19,0019	675	245
7	11,2346	19,5209	680	240
	13,2331	18,1022	655	255
	11,9867	18,5678	660	245
	16,3421	15,1546	518	280
	15,4577	15,7692	528	270
12	14,1256	16,0725	15,7692 528 27 16,0725 533 26 15,7692 525 33	265
	15,5423	15,7589	525	275
	15,8957	15,5104	520	275
	20,4518	11,9875	346	304
	20,0234	12,5467	348	290
17	19,2566	12,3594	350	295
	18,4513	12,6898	355	285
	18,5546	12,2561	353	300

Limpeza (cm/s)	Massa Passante (g)	Massa Retida (g)	Pressão Final (Pa)	Permeabilidade. (L/min.dm ²)
7	0,5525	29,0356	455	225
	0,5678	28,9618	448	235
	0,5427	29,1402	458	220
	0,5637	29,0329	451	230
	0,5674	28,9911	450	230
12	1,5421	27,2938	348	240
	1,5423	27,3221	350	235
	1,5345	27,3168	350	239
	1,5301	27,3123	350	238
	1,5347	27,3426	353	230
	1,9800	23,8565	246	245
	1,9869	23,8405	245	245
17	1,9735	23,8706	246	250
	1,9655	23,9035	252	240
	1,9789	23,8887	247	245

APÊNDICE H - Simulação de filtração com PI a frio (25±1°C).

APÊNDICE I - Simulação de filtração com PI a quente (240±1°C).

Limpeza	Massa Passante	Massa Retida	Pressão Final	Permeabilidade.
(cm/s)	(g)	(g)	(Pa)	(L/min.dm²)
	1,2403	25,0112	470	228
	1,2009	25,4923	473	226
7	1,2135	25,6689	474	Permeabilidade. (L/min.dm ²) 228 226 225 222 218 230 231 230 231 230 229 240 242 245 245 245 237
	1,2121	25,7401	474	222
	1,1703	25,3007	475	218
	1,9822	24,0114	355	232
	1,9455	24,1367	360	230
12	1,9322	3822 24,0114 355 3455 24,1367 360 322 24,2079 361 3589 24,1215 359	231	
	1,9589	24,1215	359	230
	1,8525	24,2895	363	229
	2,4351	21,3037	254	240
	2,4410	21,3058	253	242
17	2,4658	21,2915	249	245
	2,4189	21,2803	249	245
	2,4095	21,3278	256	237

Temperatura	Limpeza	Têxtil	Média	Desvio Padrão	Ν
		PAN	16,7737	0,3681	5
	7	PES	18,8720	0,3494	5
		PI	29,0323	0,0676	5
		Total	21,5593	5,5478	15
		PAN	14,3649	0,2644	5
	12	PES	15,7798	0,2880	5
		PI	27,3175	0,0176	5
Frio		Total	19,1541	6,0084	15
		PAN	11,2101	0,0445	5
	17	PES	12,4605	0,0460	5
		PI	23,8719	0,0250	5
		Total	15,8475	5,8971	15
	Total	PAN	14,1162	2,3706	15
		PES	15,7041	2,7207	15
		PI	26,7406	2,2215	15
		Total	18,8536	6,1605	45
	7	PAN	16,5976	0,4515	5
		PES	18,7054	0,5642	5
		PI	25,4426	0,2951	5
		Total	20,2485	3,9268	15
		PAN	14,2368	0,2786	5
	12	PES	15,6531	0,3425	5
		PI	24,1534	0,1036	5
Quente		Total	18,0144	4,5394	15
		PAN	11,1178	0,2158	5
	17	PES	12,3679	0,2705	5
		PI	21,3018	0,0177	5
		Total	14,9291	4,6977	15
		PAN	13,9841	2,3431	15
	Total	PES	15,5754	2,7057	15
		PI	23,6326	1,7986	15
		Total	17,7307	4,8321	45

APÊNDICE J - Teste ANOVA com média de massa retida e desvio padrão.

				,	
Total	7	PAN	16,6857	0,3993	10
		PES	18,7887	0,4510	10
		PI	27,2374	1,9026	10
		Total	20,9039	4,7693	30
	12	PAN	14,3008	0,2648	10
		PES	15,7164	0,3057	10
		PI	25,7354	1,6691	10
		Total	18,5842	5,2642	30
	17	PAN	11,1639	0,1547	10
		PES	12,4142	0,1893	10
		PI	22,5868	1,3547	10
		Total	15,3883	5,2593	30
	Total	PAN	14,0501	2,3169	30
		PES	15,6398	2,6668	30
		PI	25,1866	2,5381	30
		Total	18,2922	5,5340	90
Temperatura (ºC)	Agente de Cura (%)	σ _m (MPa)	ε _r (%)	E (GPa)	
---------------------	-----------------------	-------------------------	-----------------------	-----------------	
80	70	33,90 ± 0,63	0,93 ± 0,17	1,95 ± 0,19	
	60	45,21 ± 1,10	2,50 ± 0,12	2,48 ± 0,23	
	50	53,91 ± 1,43	4,06 ± 0,37	3,88 ± 0,16	
	40	26,50 ± 1,22	25,40 ± 2,54	0,31 ± 0,09	
	30	2,75 ± 0,20	43,75 ± 6,89	0,14 ± 0,06	
160	70	25,42 ± 0,70	0,88 ± 0,18	1,91 ± 0,21	
	60	42,11 ± 1,22	2,53 ± 0,11	2,40 ± 0,26	
	50	51,09 ± 1,41	3,95 ± 0,24	3,90 ± 0,21	
	40	22,62 ± 1,24	24,12 ± 1,98	0,29 ± 0,07	
	30	2,51 ± 0,26	40,41 ± 5,12	0,15 ± 0,03	
200	70	21,79 ± 0,55	0,87 ± 0,16	1,97 ± 0,18	
	60	39,55 ± 1,33	2,43 ± 0,15	2,36 ± 0,29	
	50	44,03 ± 1,77	3,46 ± 0,30	3,72 ± 0,19	
	40	19,73 ± 2,09	24,10 ± 1,77	0,21 ± 0,08	
	30	2,30 ± 0,29	39,72 ± 6,45	0,13 ± 0,04	
240	70	19,87 ± 0,69	0,70 ± 0,22	1,32 ± 0,11	
	60	36,18 ± 1,05	2,35 ± 0,19	2,00 ± 0,22	
	50	42,56 ± 1,67	3,33 ± 0,35	2,32 ± 0,11	
	40	14,09 ± 1,04	21,22 ± 2,03	0,17 ± 0,09	
	30	1,85 ± 0,32	30,13 ± 4,98	0,11 ± 0,05	
260	70	8,32 ± 0,45	0,42 ± 0,09	1,15 ± 0,15	
	60	10,12 ± 0,85	1,92 ± 0,12	1,85 ± 0,16	
	50	14,31 ± 0,91	2,12 ± 0,37	0,17 ± 0,04	
	40	$6,32 \pm 0,86$	20,19 ± 2,03	$0,08 \pm 0,02$	
	30	0,95 ± 0,19	25,12 ± 2,31	0,06 ± 0,02	

APÊNDICE K - Ensaio de tração em epóxi após ação térmica.