

SISTEMA DE RESINA MEJORADO PARA REVESTIMIENTOS ESPUMANTES RESISTENTES AL FUEGO

CAMPO DE LA INVENCION

5 La presente invención se refiere a un novedoso sistema de resina reactiva para revestimiento intumescente y a un procedimiento de producción de dicho sistema de resina. Los revestimientos intumescentes son utilizados en particular para la protección contra incendios de componentes metálicos de construcción, tales como por ejemplo vigas de acero en la construcción de edificios. En caso de incendio, dichos revestimientos sufren una
10 espumación reactiva que resulta en la formación, sobre la viga metálica, de una capa aislante ignífuga que tiene baja conductividad térmica y que —a través del aislamiento que ésta crea— retarda cualquier fallo prematuro inducido térmicamente de dicho componente de construcción.

 La presente invención se refiere en particular a sistemas de resina a base de
15 metacrilato producidos por medio de un novedoso procedimiento en el que se polimeriza una primera mezcla de monómeros hasta un grado máximo de 95% en peso y luego se diluye con una segunda mezcla de monómeros. La temperatura de transición vítrea del componente polimérico de la composición formada es particularmente baja en comparación con la técnica anterior. Además, los ácidos orgánicos incorporados al sistema de resina
20 tienen un efecto sinérgico sorprendente con el sistema de cargas. Los sistemas de resina fabricados de este modo se muestran especialmente eficaces en la formación de espuma inducida térmicamente, debido a su estructura de espuma de poros finos y de poros cerrados.

TÉCNICA ANTERIOR

25 Una primera generación de sistemas de revestimiento intumescentes se basaba en resinas termoplásticas de alto peso molecular a base de acrilatos, metacrilatos y/o monómeros vinílicos y requerían de una gran cantidad de disolvente o agua para su aplicación sobre la superficie metálica correspondiente, con los correspondientes tiempos
30 de secado prolongados.

 Es habitual que tales revestimientos intumescentes sean aplicados en el sitio durante la fase de construcción. Sin embargo, es preferente la aplicación fuera del sitio antes de la entrega en el sitio, ya que esto puede realizarse bajo condiciones controladas. Sin embargo, un revestimiento que tarda en secarse significa un tiempo de procesamiento
35 ineficiente, especialmente porque debe aplicarse sucesivamente desde diferentes lados

para que quede completo.

El documento de patente CN 112 029 367 A describe, por ejemplo, un sistema intumesciente en forma de una emulsión que comprende partículas de núcleo y cubierta en agua. El núcleo de las partículas de núcleo y cubierta está reticulado.

5 El documento de patente CN 111 995 919 A divulga, al igual que el documento de patente CA 3 028 431, emulsiones de polímeros acrílicos en forma de revestimientos intumescentes ultrafinos. Los polímeros acrílicos se presentan en forma de partículas de núcleo y cubierta, estando el núcleo reticulado.

10 El documento de patente JP 2003 171 579 se refiere a una mezcla de una mezcla de monómeros (met)acrílicos no polimerizados y un polímero (met)acrílico. La mezcla se puede utilizar como revestimiento intumesciente. No se divulga la terminación de la polimerización en un grado de polimerización definido.

El documento de patente DE 196 30 063 se refiere a piezas de equipamiento interior para componentes de vehículos ferroviarios. No se divulgan revestimientos intumescentes.

15 Los revestimientos intumescentes a base de epoxi se utilizan preferentemente en la industria en el extranjero (*off-shore*). Dichos revestimientos tienen la característica de una buena resistencia al envejecimiento y tiempos de secado relativamente cortos. Los sistemas de poliuretano han sido investigados intensamente. Estos también se caracterizan por un tiempo de secado relativamente corto y una buena resistencia al agua. Sin embargo, los resultados de las pruebas de incendios no fueron satisfactorios, ya que el revestimiento
20 tiene poca adherencia al acero. Se pueden encontrar detalles al respecto en Desarrollo de tecnologías alternativas para intumescencia aplicada fuera de sitio, Longdon, P.J., Comisión Europea, [Informe] EUR (2005), EUR 21216, 1-141.

Una generación adicional de revestimientos intumescentes se basa en resinas reactivas de (met)acrilato. Su aplicación tiene la gran ventaja de que aquí no se necesita
25 ningún disolvente; sin embargo, una vez aplicada, la resina se cura relativamente rápido en comparación con los sistemas descritos anteriormente. De esto resulta no sólo un procesamiento más rápido, sino también, en particular, un contenido más bajo de componentes volátiles residuales en el revestimiento aplicado. Este tipo de sistemas de revestimiento intumesciente fueron divulgados por primera vez en el documento de patente
30 EP 1 636 318.

Una mejora adicional de los sistemas a base de (met)acrilato se describió posteriormente, por ejemplo, en el documento de patente EP 2 171 004. Éste tiene la característica particular de un contenido particularmente alto en grupos ácidos para mejorar
35 la adherencia al metal. El documento de patente EP 2 171 005 divulga un perfeccionamiento

adicional de un sistema de este tipo. Éste tiene la característica particular de la copolimerización de diácidos o ácidos copolimerizables con un grupo espaciador. Esto puede mejorar aún más la adherencia del metal.

5 Sin embargo, todos estos sistemas necesitan mejoras adicionales. Por ejemplo, hay muy poca libertad en cuanto a las opciones de formulación. Además, sólo se pueden aplicar capas relativamente gruesas. El efecto combinado de estas desventajas significa también, por ejemplo, que la altura de la espuma sólo se puede ajustar de forma mínima en caso de necesidad o de incendio.

10 Además, también surgen desventajas debido al procedimiento de producción relativamente complejo de las resinas. Lo que tienen en común todos los sistemas de (met)acrilato, por lo demás muy ventajosos, descritos en la técnica anterior es que el polímero termoplástico sólido presente en la resina se produce en la presente sólo por separado, luego se disuelve en los componentes monoméricos y se formula previamente con aditivos antes de someterse finalmente a la formulación final brevemente antes de su
15 aplicación como sistema 2C. Esta cadena de procedimientos es relativamente complicada y existe un gran interés en simplificarla.

El documento de patente WO 2021/180488 describe por primera vez la producción de una resina reactiva a base de metacrilato para revestimientos intumescentes en un procedimiento de resina sintética. En este procedimiento, se polimeriza una mezcla de
20 monómeros hasta un grado de polimerización del 70%, después de lo cual se termina la polimerización. En este caso, la composición es esencialmente similar a las resinas reactivas ya conocidas, que se obtienen disolviendo una suspensión o granulado de polímero en una mezcla de monómeros. Las diferencias surgen principalmente por la naturaleza de las cadenas poliméricas.

25

OBJETO

Por lo tanto, el objeto de la presente invención era proporcionar un procedimiento significativamente simplificado de producción de revestimientos intumescentes a base de (met)acrilato.

30 En particular, existía la necesidad de un procedimiento de fabricación simplificado, en el que se pueda prescindir de al menos una etapa de aislamiento o una etapa de formulación en comparación con los procedimientos de producción de revestimientos intumescentes a base de (met)acrilato descritos en la técnica anterior.

Un objetivo adicional era proporcionar una novedosa formulación para revestimiento
35 intumescente 2C que, además de una muy buena adherencia al metal y una fácil capacidad

procesamiento, permitiera también mayores libertades en cuanto a la aditivación y el ajuste del posterior control de la formación de espuma, en particular en lo que respecta al ajuste previo de las siguientes alturas de la espuma y la calidad de la espuma, por ejemplo, una fracción particularmente alta de espuma de poros cerrados.

- 5 Objetos adicionales que no son mencionados explícitamente pueden resultar evidentes a continuación a partir de la descripción o los ejemplos, y del contexto general de la invención.

SOLUCIÓN

- 10 Los objetos se logran proporcionando un novedoso procedimiento de producción de resinas reactivas para revestimientos intumescentes. En este procedimiento en primer lugar se polimeriza una primera mezcla de monómeros que contiene al menos un monómero funcionalizado con ácido hasta un grado de polimerización del 70% en peso al 95% en peso. Al alcanzar el grado de polimerización deseado se termina la polimerización. Según
15 la invención, el polímero formado de este modo tiene una temperatura de transición vítrea, calculada según la ecuación de Fox, inferior a 23 °C, que es significativamente menor que la reportada para las resinas correspondientes en la técnica anterior. El procedimiento según la invención se caracteriza además porque, tras la terminación de la polimerización, la mezcla que contiene del 70 al 95% en peso del polímero se diluye con una segunda
20 mezcla de monómeros que se diferencia de la primera mezcla de monómeros.

- Los revestimientos espumantes resistentes al fuego descritos en la técnica anterior se componen, entre otros, de sistemas de múltiples componentes, que se formulan esencialmente a partir de polímeros termoplásticos disueltos en monómeros. La presente invención muestra, por otra parte, que los polímeros líquidos, es decir, polímeros que tienen
25 una temperatura de transición vítrea inferior a 23 °C y que serían líquidos en estado no disuelto a temperatura ambiente, también son adecuados para su uso. Además, a fin de mejorar la adherencia al sustrato, se utilizan componentes ácidos polimerizados, como por ejemplo acrilato de 2-carboxietilo, y componentes ácidos añadidos adicionalmente a la formulación, como por ejemplo ácido acrílico o ácido metacrílico, para un control
30 sorprendente de la altura de la espuma en el uso final como pintura resistente al fuego.

- La ecuación de Fox es un procedimiento que es muy simple, pero que proporciona resultados cercanos a la realidad, para calcular las temperaturas de transición vítrea de copolímeros homogéneos (es decir, copolímeros que tienen unidades de repetición distribuidas aleatoriamente), que ha demostrado ser particularmente útil para copolímeros
35 de (met)acrilato (opcionalmente con estireno). En este caso, la notación de (met)acrilato

incluye co-acrilatos, co-metacrilatos y también copolímeros que contienen acrilatos y metacrilatos. Para dos monómeros, la ecuación de Fox es como se muestra a continuación, siendo también posible ampliarla por consiguiente a una multitud de comonómeros diferentes:

5

$$T_g = T_{g1} (x_1) + T_{g2} (x_2) \dots + T_{gy} (x_y)$$

en la que:

T_g : Temperatura de transición vítrea determinada teóricamente del copolímero

T_{gy} : Temperatura de transición vítrea de un homopolímero de monómero y

10 x_y : Proporción en masa del monómero y en la mezcla de monómeros o en las unidades de repetición del polímero

Según la invención, los valores citados para todas las temperaturas de transición vítrea se refieren a polímeros producidos mediante procedimientos de radicales libres a 15 temperaturas de polimerización habituales entre 40 y 120 °C que son habituales para ello. Los polímeros exóticos producidos a temperaturas claramente más bajas, por ejemplo, mediante una polimerización aniónica, o que se produjeron de forma estereoselectiva mediante un GTP, no desempeñan ningún papel en la invención. Para tales polímeros, las tacticidades muy diferentes significan que la ecuación de Fox tampoco es aplicable en la 20 forma elegida. Las temperaturas de transición vítrea de los homopolímeros producidos mediante polimerización por radicales libres se conocen por la literatura.

En el contexto de la presente invención se entiende por mezcla de monómeros habitualmente una mezcla de monómeros que está libre de disolvente. Más particularmente, una mezcla de monómeros para los fines de la presente invención no 25 contiene agua. Por lo tanto, una mezcla de monómeros es preferentemente una mezcla que consiste en monómeros. Estas explicaciones y preferencias se aplican independientemente tanto a la primera mezcla de monómeros como a la segunda mezcla de monómeros.

La primera mezcla de monómeros se compone preferentemente en al menos un 90% en peso de acrilatos y/o metacrilatos, en base al peso total de la primera mezcla de 30 monómeros. De manera igualmente preferente, el monómero funcionalizado con ácido en la primera mezcla de monómeros es ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido itacónico y/o acrilato de 2-carboxietilo, preferentemente ácido metacrílico y/o acrilato de 2-carboxietilo. Además, la primera mezcla de monómeros contiene preferentemente, además del monómero funcionalizado con ácido, como otros monómeros (met)acrilato de metilo (MMA), 35 (met)acrilato de n-butilo, (met)acrilato de isobutilo, (met)acrilato de etilo, (met)acrilato de

propilo, (met)acrilato de etilhexilo y/o estireno. De manera particularmente preferente, la primera mezcla de monómeros está compuesta en al menos un 95% en peso, en base al peso total de la primera mezcla de monómeros, de manera muy particularmente preferente exclusivamente, de los monómeros mencionados en la presente.

5 La mezcla de monómeros contiene en este caso de manera muy especialmente preferente del 20 al 45% en peso, especialmente del 25 al 40% en peso de un metacrilato, como en particular metacrilato de etilhexilo. Preferentemente se emplea en la mezcla de monómeros hasta un 10% en peso del o de los monómeros funcionalizados con ácido, en cada caso en base al peso total de la primera mezcla de monómeros.

10 En una realización de la invención, la primera mezcla de monómeros no contiene estireno. Por lo tanto, la primera mezcla de monómeros está preferentemente libre de estireno.

Además, es preferente que la primera mezcla de monómeros en forma de acrilato y/o metacrilato no contenga ningún reticulante. De manera particularmente preferente la primera mezcla de monómeros no contiene ningún reticulante.

15 Por "reticulante" se entiende en el contexto de la presente invención un monómero que contiene dos o más grupos funcionales, que pueden polimerizarse en la polimerización según la invención, especialmente en una polimerización por radicales libres.

El grado de polimerización tras la terminación de la polimerización se ubica preferentemente entre 85 y 95% en peso. De manera particularmente preferente, el polímero formado según la invención a partir de la primera mezcla de monómeros contiene entre un 1% y un 10% en peso, preferentemente entre un 2,5% y un 5% en peso, de unidades de repetición del monómero funcionalizado con ácido, en base al peso total del polímero formado. Más preferentemente, el polímero formado tiene un peso molecular promedio en peso Mw de entre 10.000 y 200.000 g/mol, preferentemente entre 20.000 y 20.000 g/mol y más preferentemente entre 30.000 y 100.000 g/mol y tiene una temperatura de transición vítrea de entre -20 °C y 20 °C, preferentemente entre -5 y 15 °C.

Estos valores de temperatura de transición vítrea citados se refieren también a un valor predeterminado mediante la ecuación de Fox. La temperatura de transición vítrea realmente obtenida al final puede determinarse después de la polimerización, por ejemplo, mediante DSC (calorimetría diferencial de barrido, por ejemplo, de conformidad con ISO 11357-1 y en particular -2). En el caso de uso de los monómeros antes mencionados, el valor determinado de este modo se diferencia generalmente sólo mínimamente del valor predeterminado mediante la ecuación de Fox. Si se utilizan monómeros distintos de estos, en casos muy raros puede producirse una distribución en forma de bloques de las unidades

de repetición en la cadena. En casos muy raros, la formación de bloques puede ser tan pronunciada que el polímero tenga dos o más temperaturas de transición vítrea. Para estos casos muy raros y no preferentes según la invención, lo decisivo ya no es el cálculo de la temperatura de transición vítrea mediante la ecuación de Fox, sino la determinación de la temperatura de transición vítrea más pronunciada de conformidad con la norma ISO 11357-2 definida anteriormente.

El peso molecular promedio en peso se determina en este caso mediante GPC frente a un patrón de PMMA utilizando al menos dos columnas adecuadas con THF como eluyente.

Sorprendentemente se ha descubierto que es particularmente ventajoso cuando el polímero formado en el procedimiento de la invención tiene una temperatura de transición vítrea inferior a la temperatura ambiente, es decir, cuando sería líquido a temperatura ambiente incluso en el estado aislado.

La polimerización se puede realizar en particular de manera discontinua en un procedimiento discontinuo o de manera continua en el reactor de tanque agitado que opera continuamente con un tubo de flujo de conexión. En este caso, la terminación de la reacción se puede finalizar esencialmente independientemente del modo de operación, pero en cada caso se puede adaptar a éste reduciendo la temperatura, añadiendo un inhibidor y/o simplemente consumiendo el iniciador.

Preferentemente, la segunda mezcla de monómeros contiene del 50% al 90% en peso, más preferentemente del 75% al 85% en peso, de (met)acrilato de metilo (MMA), en base al peso total de la segunda mezcla de monómeros. Más preferentemente, la segunda mezcla de monómeros contiene al menos un 90% en peso de acrilatos y/o metacrilatos y, opcionalmente, estireno, preferentemente MMA, (met)acrilato de n-butilo, (met)acrilato de isobutilo, (met)acrilato de etilo, (met)acrilato de propilo y/o (met)acrilato de etilhexilo, hasta un 5% en peso de monómeros funcionalizados con ácido, preferentemente ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido itacónico y/o acrilato de 2-carboxietilo y, opcionalmente, en cierta medida de como máximo un 5% en peso de estireno, en cada caso en base al peso total de la segunda mezcla de monómeros.

En una realización preferente alternativa de la presente invención, la segunda mezcla de monómeros contiene del 55 al 80% en peso, especialmente del 60 al 75% en peso de metacrilato, en cada caso en base al peso total de la segunda mezcla de monómeros, en la que el (met)acrilato de metilo y (met)acrilato de n-butilo se utilizan en la presente, por ejemplo, en una relación de aproximadamente 80% en peso a 20% en peso

a 50% en peso a 50% en peso.

En una realización, la segunda mezcla de monómeros tiene un contenido de monómeros funcionalizados con ácido dentro de un intervalo de 0,5% a 2% en peso en base al peso total de la segunda mezcla de monómeros.

5 Por "monómeros funcionalizados con ácido" se entiende en el contexto de la presente invención tanto un monómero funcionalizado con ácido como también una mezcla de dos o más monómeros funcionalizados con ácido.

Más preferentemente, la segunda mezcla de monómeros no contiene estireno. Por lo tanto, la segunda mezcla de monómeros está preferentemente libre de estireno. De
10 manera particularmente preferente, la resina reactiva está libre de estireno.

Es además preferente que la segunda mezcla de monómeros no contenga un reticulante. De manera particularmente preferente, la resina reactiva no contiene ningún reticulante. Para el término "reticulante", se aplican las explicaciones y preferencias descritas anteriormente.

15 De manera particularmente preferente, la segunda mezcla de monómeros se selecciona de manera que, cuando esté completamente polimerizada, dé lugar a un polímero con una temperatura de transición vítrea según la ecuación de Fox de entre 50 °C y 120 °C, preferentemente entre 60 y 90 °C. En este punto debe quedar claro que el polímero en el revestimiento intumescente acabado formado predominantemente a partir
20 de estos monómeros de la segunda mezcla de monómeros debe desviarse en la mayoría de los casos de la temperatura de transición vítrea teórica de la segunda mezcla de monómeros calculada mediante la ecuación de Fox, ya que esta segunda polimerización tiene lugar durante el curado a base de una mezcla de la segunda mezcla de monómeros y hasta un 30% en peso de la primera mezcla de monómeros restante, que se diferencia
25 de la segunda, en base al peso total de la resina reactiva.

Además del procedimiento de la invención, la presente invención también proporciona una novedosa formulación para el revestimiento intumescente 2C. Esta formulación se caracteriza en particular porque, en un punto en el tiempo después de mezclar el sistema 2C, contiene del 20% al 40% en peso de la resina reactiva producida
30 mediante el procedimiento de la invención, del 35% al 60% en peso de un agente espumante, del 0,1% al 2,5% en peso de un peróxido y/o un iniciador azoico, preferentemente sólo peróxidos, como por ejemplo peróxido de benzoilo, dado el caso hasta el 2% en peso de un acelerador, dado el caso del 4,9% al 15% en peso de aditivos y del 5% al 30% en peso de cargas. Opcionalmente, la formulación puede incluir pigmentos
35 adicionales, en cada caso en base al peso total del sistema 2C.

Los aditivos pueden ser en particular agentes humectantes, formadores de película, reactivos de desaireación y/o agentes dispersantes. Como aceleradores se emplean en caso dado generalmente aminas secundarias.

5 Las cargas pueden ser, por ejemplo, sílice, dióxido de titanio, cuarzo u otros compuestos inorgánicos, en particular térmicamente estables. Las cargas inorgánicos, tales como los carbonatos, que pueden sufrir una descomposición térmica, sólo se pueden utilizar en menor medida, para evitar una formación adicional incontrolada de espuma en el revestimiento en caso de incendio. Una carga particularmente preferente es el dióxido de titanio.

10 Para los agentes espumantes existen varias alternativas. En una alternativa particularmente preferente, se pueden usar polifosfatos, que entre 190 y 300 °C se convierten en ácido fosfórico. La formulación incluye además pentaeritritol, que por encima de 300 °C en presencia de ácido fosfórico forma una espuma de carbono con la eliminación de agua y dióxido de carbono. En este procedimiento, el agua y el dióxido de carbono
15 actúan como agentes espumantes. Una ventaja adicional de esta alternativa es que tanto los polifosfatos como el ácido fosfórico actúan como retardantes de llama adicionales.

En una segunda alternativa, se utiliza melamina como material base para el agente espumante, que por encima de 350 °C se descompone en amoníaco, nitrógeno y dióxido de carbono, actuando los tres a su vez como agentes espumantes.

20 Una combinación de estas dos alternativas como tercera variante, especialmente preferente, permite conseguir además otras ventajas además del efecto retardante de llama. De esta manera es posible afinar el grado de formación de espuma. Además, la formación de espuma se produce gradualmente, lo que a su vez resulta ventajoso en cuanto a la estabilidad de la espuma.

25 Se obtienen espumas especialmente de poros finos y de poros cerrados cuando, paralelamente a la resina reactiva según la invención, se mezclan sorprendentemente polifosfatos y melamina en una relación entre 3 a 1 y 1 a 1, por ejemplo, 2 a 1.

El iniciador consiste generalmente de uno o más peróxidos y/o iniciadores azoicos, preferentemente un peróxido. Se puede usar como sistema iniciador junto con un
30 acelerador, generalmente una o más aminas terciarias, especialmente una amina terciaria aromática. Un ejemplo particularmente adecuado de tal iniciador es el peróxido de dibenzoilo, que se puede usar, por ejemplo, también en forma de una pasta preformulada segura en la que los auxiliares contenidos en dicha pasta, por ejemplo, parafinas, en las concentraciones apropiadas no interfieren con la formulación.

35 Ejemplos de aceleradores en particular incluyen N,N-dialquil-para-toluidinas, por

ejemplo, N,N-bis(2-hidroxipropil)-para-toluidina o N,N-dimetil-para-toluidina o N,N-dimetilanilina.

La formulación de la composición de revestimiento real puede tener lugar de la siguiente manera: la resina reactiva se formula con los agentes espumantes, aditivos,
5 cargas opcionales y otras cargas opcionales. A continuación, dichas formulaciones intermedias se dividen en dos fracciones que, por ejemplo, tienen el mismo tamaño. A continuación, se mezcla adicionalmente una de estas fracciones con el acelerador. Estas dos fracciones son entonces estables al almacenamiento durante un largo período.

Antes de la aplicación propiamente dicha se mezcla entonces la fracción libre de
10 acelerador con el iniciador o la mezcla de iniciadores. Después de un almacenamiento o transporte más largo, puede ser necesario volver a agitar ambas fracciones, ya que, por ejemplo, las cargas pueden haberse sedimentado. Después de agitar o mezclar de otro modo el iniciador, se mezclan entonces las dos fracciones del sistema 2C. Esto inicia la polimerización de los componentes monoméricos de la resina reactiva, siendo este el
15 comienzo de la denominada “vida útil (*pot life*)”, dentro de la cual debe tener lugar la aplicación sobre el sustrato, es decir, por ejemplo, sobre una viga de acero. En los dispositivos de aplicación modernos, la mezcla de las dos fracciones del sistema 2C también puede realizarse en una cámara de mezcla de una boquilla de aplicación inmediatamente antes de la pulverización con presión indicada.

20 La vida útil se deriva de una combinación de naturaleza y concentración del iniciador y acelerador, la mezcla de monómeros y factores externos que influyen, como por ejemplo la temperatura ambiente. Estos factores pueden ser estimados y ajustados fácilmente por los expertos en la técnica. Generalmente es habitual trabajar con duraciones útiles de varios minutos a varias horas; estos también pueden exceder la marca de 20 horas.

25 La presente invención también proporciona un procedimiento para el revestimiento intumescente de una superficie metálica. En este procedimiento, se prepara la formulación descrita anteriormente para el revestimiento intumescente 2C, se aplica a la superficie metálica dentro de un período de 1 a 20 minutos y se cura sobre la misma a una temperatura de entre -5 y 30 °C, preferentemente entre 0 y 30 °C, dentro de un período de 60 minutos.
30 El espesor de capa preferente del revestimiento no espumado es de 1 a 20 mm, más preferentemente de 1,5 a 7,5 mm. Éste se formularía de tal manera que en caso de incendio el revestimiento daría lugar preferentemente a una espuma con un espesor de capa determinado de 5 a 100 mm por mm de espesor de capa, preferentemente de 15 a 50 mm por mm de espesor de capa.

EJEMPLOS

Ejemplo 1

Procedimiento de alimentación de monómeros:

La primera mezcla de monómeros para el componente polimérico, compuesta por
5 23% en peso de MMA, 33% en peso de metacrilato de etilhexilo, 36% en peso de metacrilato de n-butilo y 8% en peso de beta-CEA (acrilato de 2-carboxietilo), se mezcla a temperatura ambiente con un 1% en peso de tioglicolato de 2-etilhexilo y un 0,6% en peso de peroxidicarbonato de di-(4-terc-butilciclohexilo) o 2,2'-azobis(isobutironitrilo) para obtener un peso molecular objetivo de aproximadamente 60.000 g/mol. Una proporción del
10 25% de la primera mezcla de monómeros se calienta a 74 °C como pre-lote con agitación, se apaga el calentamiento y a 86 °C se polimeriza la mezcla de forma autotérmica a aproximadamente 90 a 149 °C mediante la adición continua de la proporción restante del 75% de la primera mezcla de monómeros. Después de un tiempo de adición de aproximadamente 30 a 60 minutos, el procedimiento está completo. Después del tiempo de
15 reacción adicional de aproximadamente 45 minutos, se diluye el lote mediante adición de la segunda mezcla de monómeros, compuesta por 79% en peso de metacrilato de metilo, 20% en peso de acrilato de etilhexilo y 1% en peso de ácido metacrílico, en una relación de 30% en peso de proporción de polímero y 70% en peso de mezcla de monómeros, se enfrió a 30 °C y se estabilizó con 15 ppm (15 mg/kg) de 2,6-di-terc-butil-4-metilfenol (Topanol O),
20 y luego se formuló con 1,2% en peso de ceras (punto de goteo aproximadamente 60 °C) y 1,9% en peso de N,N-bis-(2-hidroxipropil)-para-toluidina.

La viscosidad se determina mediante el tiempo de flujo, 30 s DIN Cup 4, correspondiente a 30-150 mPa*s a 20 °C. El contenido de polímero objetivo es de aproximadamente 30-35%. El polímero formado tiene una temperatura de transición vítrea
25 de aproximadamente -5 °C y no está reticulado.

Ejemplo 2

Procedimiento de alimentación de iniciadores:

La primera mezcla de monómeros para el componente polimérico, compuesta por
30 23% en peso de MMA, 33% en peso de metacrilato de etilhexilo, 36% en peso de metacrilato de n-butilo y 8% en peso de beta-CEA (acrilato de 2-carboxietilo), se mezcla a temperatura ambiente con aproximadamente 2% en peso de tioglicolato de 2-etilhexilo. La primera mezcla de monómeros se calienta a 74 °C con agitación, se apaga el calentamiento y, a 86 °C, la mezcla se polimeriza autotermalmente a aproximadamente 90 a 120 °C
35 mediante la adición continua del 0,6% en peso de peroxidicarbonato de di-(4-terc-

butilciclohexilo) o 2,2'-azobis(isobutironitrilo) como una solución al 10% en peso en acetato de n-butilo para el peso molecular objetivo de aproximadamente 60.000 g/mol. Después de un tiempo de adición de aproximadamente 60 a 120 minutos, el procedimiento está completo. Después del tiempo de reacción adicional de aproximadamente 45 minutos, se diluye el lote mediante adición de la segunda mezcla de monómeros, compuesta por 79% en peso de metacrilato de metilo, 20% en peso de acrilato de etilhexilo y 1% en peso de ácido metacrílico, en una relación de 30% en peso de proporción de polímero y 70% en peso de mezcla de monómeros, se enfrió a 30 °C y se estabilizó con 15 ppm (15 mg/kg) de 2,6-di-terc-butil-4-metilfenol (Topanol O), y luego se formuló con 1,2% en peso de ceras (punto de goteo aproximadamente 60 °C) y 1,9% en peso de N,N-bis-(2-hidroxipropil)-para-toluidina.

La viscosidad se determina mediante el tiempo de flujo, 30 s DIN Cup 4, correspondiente a 30-150 mPa*s a 20 °C. El contenido de polímero objetivo es de aproximadamente 30-35%. El polímero formado tiene una temperatura de transición vítrea de aproximadamente -5 °C y no está reticulado.

Ejemplo comparativo 1:

Se mezcla Degalan® 1710 y Degalan® 1720 en partes iguales.

Curado de los sistemas de resina:

2% en peso de peróxido de benzoilo basado en la mezcla de resina

Ejemplo comparativo 1:

Vida útil: 18 min

Tmáx: 85 °C después de 34 min; objetivo: 70-130 °C después de 15-40 min

Temperatura de transición vítrea: 64 °C

Ejemplo 1:

Vida útil: 18 min

Tmáx: 90 °C después de 42 min; objetivo: 70-130 °C después de 15-40 min

Temperatura de transición vítrea: aprox. -5 °C y aprox. 74 °C

En este caso, la temperatura de transición vítrea más baja se refiere al polímero procedente de la polimerización parcial de la primera mezcla de monómeros, mientras que la temperatura de transición vítrea más alta se refiere al polímero formado durante el curado

final del revestimiento.

Formulación de un revestimiento resistente al fuego

Ejemplo de uso:

- 5 Un 33,8% en peso de la resina reactiva según el ejemplo 1 y el ejemplo comparativo 1 está preformulado en cada caso con un 30,0% en peso de fosfato de amonio, un 9,2% en peso de pentaeritritol, un 15,0% en peso de melamina, un 10,0% en peso de dióxido de titanio y 1% en peso de cada uno de caolín y agente humectante. Cada una de estas formulaciones se divide en dos fracciones de igual tamaño, agregándose a una fracción un
- 10 0,5% en peso de peróxido de benzoilo, basado en la formulación total. A continuación, se mezclan estas dos fracciones y se retira una porción más pequeña. La porción más grande se usa para revestir una placa de acero con un espesor de capa de 2000 μm , mientras que la muestra más pequeña se usa para medir la vida útil y la temperatura máxima después de la mezcla.

15

Experimento de espumado

Experimentos en el horno de mufla High Therm VMK 39

- El sistema de cargas de resina iniciado se aplica con una cuchilla raspadora de 3000 μm a una placa de acero desengrasada de 0,8 mm de espesor. Después de dejarse curar
- 20 durante 24 horas, la placa revestida se coloca en el horno de mufla frío y se calienta a la temperatura deseada. Una vez alcanzada la temperatura, se mantiene la temperatura durante una hora, tras lo cual se deja enfriar el horno.

- 25 Evaluación del revestimiento intumescente después del espumado térmico, altura específica de la espuma, calidad de la espuma y adherencia a la placa de acero

Ejemplo	Denominación	T (°C)	Altura del revestimiento después de la polimerización completa (mm)	Altura específica de la espuma en mm / altura de revestimiento (mm)	Calidad de la espuma en sección transversal	Adherencia general después del espumado térmico
EC1	Ejemplo comparativo	500	2,7	16,7	Poros grandes a medianos, de poros abiertos	Sin adherencia a la placa de acero
C2	Ejemplo comparativo	1000	2,8	18,2	Poros grandes a medianos, de poros abiertos	Sin adherencia a la placa de acero
1	Ejemplo inventivo	500	2,4	20,6	De poros finos, de poros cerrados	Adherencia a la placa de acero.

2	Ejemplo inventivo	1000	2,7	19,8	De poros finos, de poros cerrados	Adherencia a la placa de acero.
---	-------------------	------	-----	------	---	------------------------------------

Los resultados de los ejemplos 1 y 2 demuestran una mayor altura específica de espuma y, por lo tanto, pueden desarrollar un mejor efecto de aislamiento contra incendios.