



(19)



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 364 447**

(51) Int. Cl.:
C09D 183/02 (2006.01)

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

(96) Número de solicitud europea: **08803607 .4**

(96) Fecha de presentación : **03.09.2008**

(97) Número de publicación de la solicitud: **2190939**

(97) Fecha de publicación de la solicitud: **02.06.2010**

(54) Título: **Composición de revestimiento para partículas de espuma y procedimiento para la obtención de cuerpos moldeados de espuma.**

(30) Prioridad: **14.09.2007 EP 07116454**
16.06.2008 EP 08158327

(45) Fecha de publicación de la mención BOPI:
02.09.2011

(45) Fecha de la publicación del folleto de la patente:
02.09.2011

(73) Titular/es: **BASF SE**
67056 Ludwigshafen, DE

(72) Inventor/es: **Nehls, Benjamin;**
Hahn, Klaus;
Keller, Andreas y
Schmied, Bernhard

(74) Agente: **Carvajal y Urquijo, Isabel**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Composición de revestimiento para partículas de espuma y procedimiento para la obtención de cuerpos moldeados de espuma

5 La invención comprende una composición de revestimiento, el procedimiento para la obtención de partículas de espuma, así como los cuerpos moldeados de espuma obtenidos a partir de ello y su utilización.

Las espumas de partículas usualmente se obtienen a través del sinterizado de partículas de espuma, por ejemplo, a partir de partículas de poliestireno expansible (EPS) espumados previamente, o de partículas de polipropileno expandido (EPP), en moldes cerrados mediante vapor de agua.

10 Las espumas de poliuretano muy inflamables en general se dotan de un agente ignífugo que contiene halógenos, como hexabromociclododecano (HBCD). La autorización como materiales aislantes en el sector de la construcción, sin embargo, está limitada a determinados usos. La causa es, entre otros, la fundición y el goteo de la matriz de polímero en el caso de incendios. Además, los agente ignífugos que contienen halógeno no se pueden utilizar de manera ilimitada debido a sus características toxicológicas.

15 La memoria WO 00/050500 describe espumas incombustibles de partículas de poliestireno espumadas previamente, que es mezclado junto con una solución acuosa de silicatos de sodio y un látex de un copolímero de acetato de vinilo de alto peso molecular, vertido en un molde y secado mediante agitación al aire. De este modo se obtiene una capa suelta de partículas de poliestireno con pocos puntos de adhesión y por ello, sólo con resistencias mecánicas insuficientes.

20 La memoria WO 2005/105404 describe un procedimiento para la obtención de cuerpos moldeados de espuma en los que las partículas de espuma espumadas previamente son revestidas con una solución de resina con una temperatura de reblandecimiento menor en comparación con el polímero expansible. Las partículas de espuma revestidas se sueldan finalmente en un molde utilizando presión externa o por expansión posterior de las partículas de espuma con vapor de agua caliente.

25 La memoria WO 2005/07331 describe partículas de espuma de poliestireno expandidas con un revestimiento funcional aplicado mediante un disolvente que sólo afecta mínimamente las partículas de espuma de poliestireno. Para el revestimiento ignífugo la superficie puede ser revestida, por ejemplo, con solución de acetato de polivinilo metabólico que contiene partículas de hidróxido de aluminio. Para evitar la adhesión durante la eliminación del disolvente, las partículas deben ser rociadas con un líquido de separación, por ejemplo, etilenglicol.

30 Si en las máquinas usuales para fabricar piezas moldeadas se incorporan partículas de espuma, al utilizar vapor de agua se pueden desprender componentes solubles en agua.

35 La memoria WO 2007/023089 describe un procedimiento para la obtención de cuerpos moldeados de espuma de partículas de espuma espumadas previamente que presentan un revestimiento polimérico. Como revestimiento polimérico preferido se utiliza una mezcla de una solución de silicatos, polvo de silicato silicatos una dispersión de polímeros. Al revestimiento polimérico se le pueden agregar, eventualmente, sustancias aglutinantes hidráulicas sobre la base de cemento o hidratos de sal metálica, por ejemplo, hidróxido de aluminio.

Un procedimiento similar se describe en la memoria de la patente europea aún no publicada número 6122127, en la cual las partículas de espuma revestidas son secadas y, posteriormente, pueden ser procesadas para obtener piezas moldeadas de espuma resistentes al fuego y al calor.

40 Las sustancias aglutinantes hidráulicas como cemento ya fraguan a temperatura ambiente en una suspensión acuosa con dióxido de carbono. Por ello, la placa de espuma puede resquebrajarse. Además, las placas de espuma obtenidas acorde al estado actual de la técnica no resisten las temperaturas superiores a 800°C en el caso de incendio y se desmoronan.

45 El objeto de la presente invención es remediar las desventajas mencionadas y hallar una composición de revestimiento para partículas de espuma que posibilite el procesamiento de partículas de espuma revestidas para obtener piezas moldeadas de espuma libres de halógenos y resistentes al fuego y al calor. El revestimiento debe evitar, sobre todo, que las piezas moldeadas de espuma se resquebrajen y garantizar la integridad estructural de las piezas moldeadas de espuma, incluso a temperaturas superiores a los 800 °C.

Acorde a ello, se halló una composición de revestimiento que contiene

a) 20 a 70 % en peso, especialmente, 30 a 50 % en peso de un mineral arcilloso

b) 20 a 70 % en peso, especialmente, 30 a 50 % en peso de un silicato alcalino

c) 1 a 30 % en peso, especialmente, 5 a 20 % en peso de un polímero formador de película.

Una composición de revestimiento preferida contiene

a) 30 a 50 % en peso, especialmente, 35 a 45 % en peso de un mineral arcilloso

5 a) 30 a 50 % en peso, especialmente, 35 a 45 % en peso de un silicato alcalino

c) 5 a 20 % en peso, especialmente, 7 a 15 % en peso de un polímero formador de película

d) 5 a 40 % en peso, especialmente, 10 a 30 % en peso de un pigmento de absorción de infrarrojos.

Dichas indicaciones de cantidad se refieren, respectivamente, a la sustancia sólida en relación con la composición de revestimiento. Preferentemente, los componentes a) a c) o a) a d) completan el 100% en peso.

10 Preferentemente, la relación en peso del mineral arcilloso respecto del silicato alcalino en la composición de revestimiento se halla en el rango de 1 : 2 a 2 : 1.

Como minerales arcillosos son especialmente adecuados los minerales que contienen alofana $\text{Al}_2[\text{SiO}_5] \cdot \text{O}_3 \cdot n \text{H}_2\text{O}$, caolinita $\text{Al}_4[(\text{OH})_8[\text{Si}_4\text{O}_{10}]]$, haloisita $\text{Al}_4[(\text{OH})_8[\text{Si}_4\text{O}_{10}]] \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$, montmorillonita (smectita) $(\text{Al}, \text{Mg}, \text{Fe})_2[(\text{OH})_2[(\text{Si}, \text{Al})_4\text{O}_{10}]] \cdot \text{Na}_{0,33}(\text{H}_2\text{O})_4$, vermiculita $\text{Mg}_2(\text{Al}, \text{Fe}, \text{Mg})[(\text{OH})_2[(\text{Si}, \text{Al})_4\text{O}_{10}]] \cdot \text{Mg}_{0,35}(\text{H}_2\text{O})_4$ o sus mezclas. Se prefiere especialmente la caolina.

15 Como silicato alcalino se utiliza, preferentemente, un silicato alcalino soluble en agua con la composición $\text{M}_2\text{O}(\text{SiO}_2)_n$ con M = sodio o potasio y n = 1 a 4 o sus mezclas.

20 En general, la composición de revestimiento contiene como polímero formador de película un polímero no reticulado que presenta una o múltiples temperaturas de transición vítrea en el rango de -60°C a $+100^\circ\text{C}$. Preferentemente, las temperaturas de transición vítrea de la película de polímero seco se encuentran en el rango de -30°C a $+80^\circ\text{C}$, de modo especialmente preferido, en el rango de -10°C a $+60^\circ\text{C}$. La temperatura de transición vítrea puede ser determinada mediante DSC o differential scanning calorimetry (caloría diferencial de barrido) acorde a ISO 11357-2, tasa de calentamiento de 20 K/min). El peso molecular de la película de polímero, determinado según la cromatografía de permeación en gel (GPC), se halla, preferentemente, por debajo de 400.000 g/mol.

25 Preferentemente, la composición de revestimiento contiene, como polímero formador de película, un polimerizado por emulsión de monómeros insaturados etilénicamente, como monómeros vinil aromáticos, por ejemplo, α -metilestireno, p-metilestireno, etilestireno, terc.-butilestireno, vinilestireno, viniltolueno, 1,2-difeniletileno, 1,1-difeniletileno, alquenos, como etileno o propileno, dienos, como 1,3-butadieno, 1,3-pentadieno, 1,3-hexadieno, 2,3-dimetilbutadieno, isopreno, piperileno o isopreno, ácidos carboxílicos α, β -insaturados, como ácido acrílico y ácido metacrílico, sus ésteres, especialmente, alquilésteres, como alquiléster C_{1-10} de ácido acrílico, especialmente, los butilésteres, preferentemente, N-butil-acrilato, y los alquilésteres C_{1-10} del ácido metacrílico, especialmente, metilmetacrilato (MMA), o amida de ácido carboxílico, por ejemplo, amida de ácido acrílico y amida de ácido metacrílico.

35 Los polímeros pueden contener, eventualmente, 1 a 5 % en peso de comonómeros, como (met)acrilnitrilo, (met)acrilamida, ureido(met)acrilato, 2-hidroxietil(met)acrilato, 3-hidroxipropil(met)acrilato, ácido propansulfónico de acrilamida, metilolacrilamida o la sal de sodio de ácido vinilsulfónico.

El polímero formador de película está compuesto, de modo especialmente preferido, de uno o múltiples de los monómeros estireno, butadieno, ácido acrílico, ácido metacrílico, alquilacrilatos C_{1-4} , alquilmetacrilatos C_{1-4} , amida de ácido acrílico, amida de ácido metacrílico y amida de ácido metilolacrílico.

40 Para la reducción de la conductividad térmica se utiliza, preferentemente, un pigmento que absorbe infrarrojos (absorbente IR), como hollín, coque, aluminio, grafito o dióxido de titanio en cantidades de 5 a 40 % en peso, especialmente, en cantidades de 10 a 30 % en peso, en relación a la sustancia sólida del revestimiento. El tamaño de partículas del pigmento que absorbe IR se encuentra, generalmente en el rango de 0,1 a 100 μm , especialmente, en el rango de 0,5 y 10 μm .

45 Se prefiere utilizar hollín con un tamaño medio de partículas primario en el rango de 10 a 300 nm, especialmente, en el rango de 30 a 200 nm. Preferentemente, la superficie de BET se encuentra en el rango de los 10 a 120 m^2/g .

Como grafito se utiliza, preferentemente, grafito con un tamaño medio de partículas en el rango de 1 a 50 µm.

Por lo demás, la composición de revestimiento puede contener agentes ignífugos, como grafito expandido, boratos, especialmente, boratos de zinc, compuestos de melamina o de fósforo o masas hinchables, que bajo los efectos de temperaturas elevadas, en general de más de 80 a 100°C, se expanden, hinchan o espuman, formando una espuma aislante y resistente al calor, que protege del fuego y del calor a las partículas de espuma aislantes que se hallan debajo.

En el caso de la utilización de material ignífugo en el revestimiento polimérico también es posible alcanzar una protección suficiente contra el fuego con partículas de espuma que no contienen agentes ignífugos, especialmente, halogenados, o con cantidades más reducidas del mismo, dado que dicho agente se encuentra en el revestimiento polimérico concentrado sobre la superficie de las partículas de espuma y en el caso de acción de calor o del fuego forma una red estructural sólida.

La composición de revestimiento puede contener, como aditivos adicionales, masas hinchables que contienen agua ligada químicamente o que se disocian a temperaturas superiores a 40 °C, como hidróxidos metálicos, hidratos de sales metálicas e hidratos de óxido metálico.

Los hidróxidos de metal adecuados son, sobre todo, los del grupo 2 (metales alcalinotérreos) y 13 (grupo boro) del sistema periódico de elementos. Se prefieren el hidróxido de magnesio, el hidróxido de aluminio y el bórax. Se prefiere, especialmente, el hidróxido de aluminio.

Como hidratos de sal metálica son adecuadas las sales metálicas en cuya estructura cristalina se halla incorporada agua de cristalización. De manera análoga, son adecuados como hidratos de óxidos metálicos todos los óxidos metálicos que contienen agua de cristalización en su estructura cristalina. A su vez, la cantidad de moléculas de agua de cristalización por unidad de fórmula puede ser la máxima posible o hallarse por debajo, por ejemplo, pentahidrato, trihidrato o monohidrato de sulfato de cobre. Adicionalmente al agua de cristalización, los hidratos de sal metálica también pueden contener agua de constitución.

Los hidratos de sal metálica preferidos son aquellos hidratos de halogenuros metálicos (especialmente, cloruros metálicos), sulfatos, carbonatos, fosfatos, nitratos o boratos metálicos. Son adecuados, por ejemplo, el decahidrato de sulfato de magnesio, decahidrato de sulfato de sodio, el pentahidrato de sulfato de cobre, heptahidrato de sulfato de níquel, el hexahidrato de cloruro de cobalto (II), el hexahidrato de cloruro de cromo (III), el decahidrato de carbonato de sodio, el hexahidrato de cloruro de magnesio y los hidratos de borato de estaño. El decahidrato de sulfato de magnesio y los hidratos de borato de estaño son especialmente preferidos.

También se pueden utilizar, como hidratos de sal metálica, las sales dobles o alumbres, por ejemplo, aquellos de la fórmula general: $M^I M^{III} (SO_4)_2 \cdot 12 H_2O$. Como M^I se pueden utilizar, por ejemplo, potasio, sodio, rubidio, cesio, amonio, talio o iones de aluminio. Como M^{III} funcionan, por ejemplo, aluminio, galio, indio, escandio, titanio, vanadio, cromo, manganeso, hierro, cobalto, rodio o iridio.

Como hidratos de óxido de metal son adecuados, por ejemplo, el hidrato de óxido de aluminio y, preferentemente, el hidrato de óxido de zinc o el hidrato de trióxido de boro.

Además de los minerales arcillosos, el revestimiento puede contar adicionalmente con otros minerales, por ejemplo, cemento, óxido de aluminio, vermiculita o pedita. Éstos pueden ser incorporados en la composición de revestimiento en forma de suspensión acuosa o dispersiones. Los cementos también pueden ser aplicados sobre las partículas de espuma a través de un "espolvoreado". El agua necesaria para el fraguado del cemento puede ser agregada durante el sinterizado con vapor de agua.

La composición de revestimiento es utilizada, especialmente, para el revestimiento de partículas de espuma.

Las espumas de partículas pueden ser poliolefinas expandidas, como polietileno expandido (EPE) o polipropileno expandido (EPP) o como partículas espumadas previamente de polímeros de poliestireno expansible, sobre todo, de poliestireno expansible (EPS). Las partículas de espuma presentan, en general, un diámetro medio de partículas en el rango de 2 a 10 mm. La densidad de carga de las partículas de espuma en general es de 5 a 100 kg/m³, preferentemente, de 5 a 40 kg/m³ y, especialmente, de 8 a 16 kg/m³, determinado según DIN EN ISO 60.

Las partículas de espuma sobre la base de polímeros de estireno pueden ser obtenidas gracias al espumado previo de EPS con aire caliente o vapor de agua en un espumador previo, hasta alcanzar la densidad deseada. A través de uno o varios espumados previos en un espumador bajo presión o continuo, pueden obtenerse, en este caso, densidades de carga finales inferiores a 10 g/l.

Para la obtención de placas aislantes con un aislamiento térmico elevado, se utilizan, de modo especialmente preferido, polimerizados de estireno expansibles, espumados previamente, que contienen cuerpos sólidos atérmicos como hollín, aluminio, grafito o dióxido de titanio, especialmente, grafito de un tamaño medio de partículas en el rango de 1 a 50 µm de diámetro de partículas en cantidades de 0,1 a 10 % en peso, especialmente, de 2 a 8 % en peso, en relación al EPS, y se conocen, por ejemplo, por las memorias EP-B 981 574 y EP-B 981 575.

Además, las partículas de espuma pueden contener 3 a 60 % en peso, preferentemente, 5 a 20 % en peso, en relación a las partículas de espuma de un material de relleno. Como material de relleno se pueden utilizar polvos orgánicos e inorgánicos o sustancias fibrosas, así como sus mezclas. Se pueden utilizar como material de relleno, por ejemplo, harina de madera, almidón, fibras de lino, cáñamo, ramio, yute, sisal, algodón, celulosa o aramida. Como material de relleno inorgánico se puede utilizar, por ejemplo, carbonatos, silicatos, espato pesado, esferas de vidrio, zeolita u óxido de metal. Se prefieren las sustancias inorgánicas en polvo como talco, tiza, caolina ($\text{Al}_2(\text{Si}_2\text{O}_5)(\text{OH})_4$), hidróxido de aluminio, hidróxido de magnesio, nitrato de aluminio, silicato de aluminio, sulfato de bario, carbonato de calcio, sulfato de calcio, ácido silícico, harina de cuarzo, Aerosil®, alúmina o wollastonita o sustancias esféricas o fibrosas inorgánicas, como esferas de vidrio, fibras de vidrio o fibras de carbono.

El diámetro medio de partículas o, en el caso del material de relleno fibroso, su longitud, debería ser menor o igual al tamaño celular. Se prefiere un diámetro medio de partículas el rango de 1 a 100 µm, preferentemente en el rango de 2 a 50 µm.

Se prefieren especialmente los materiales de relleno inorgánicos con una densidad en el rango de 1,0 - 4,0 g/cm³, especialmente, en el rango de 1,5 - 3,5 g/cm³. El grado de blancura/luminosidad (DIN/ISO) es de, preferentemente 50-100 %, especialmente, de 60 - 98 %.

El tipo y la cantidad de material de relleno pueden influir en las características de los polímeros termoplásticos y en las piezas moldeadas de espuma de partículas que se obtienen con él. A través de la utilización de agentes adhesivos, como copolímeros de estireno modificados con anhídrido de ácido maleico, polímeros que contienen grupos epóxido, organosilanos o copolímeros de estireno con grupo isocianato o ácido, se puede mejorar notablemente la ligadura del material de relleno a la matriz de polímero y con ello las características mecánicas de las piezas de espuma de partículas.

En general, el material de relleno inorgánico reduce la combustibilidad. Sobre todo agregando polvos inorgánicos, como hidróxido de aluminio, hidróxido de magnesio o bórax, se puede mejorar aún más el comportamiento de combustión.

Dichas partículas de espuma que contienen material de relleno pueden obtenerse por ejemplo, espumando granulados termoplásticos expansibles que contienen material de relleno. En el caso de proporciones mayores de material de relleno, los granulados expansibles necesarios se pueden obtener a través de la extrusión de masas fundidas termoplásticas que contienen agentes de expansión y una posterior granulación a presión bajo agua, como se describe, por ejemplo, en la memoria WO 2005/056653.

Las partículas de espuma de polímeros pueden estar dotadas, adicionalmente, de otros agentes ignífugos. Pueden contener, por ejemplo, 1 a 6 % en peso de un compuesto orgánico de bromo, como cildodecano de hexabromo (HBCD) y, eventualmente, además, 0,1 a 0,5 % en peso de dicumilo o un peróxido en el interior de las partículas de espuma o del revestimiento. Preferentemente, sin embargo, no se utilizan agentes ignífugos que contienen halógenos.

Preferentemente, la composición de revestimiento acorde a la invención se aplica sobre las partículas de espuma en forma de una dispersión de polímeros acuosa junto con el mineral arcilloso y el silicato alcalino y, eventualmente, los pigmentos de absorción de infrarrojos y otros aditivos. Las dispersiones de polímeros adecuadas se obtienen, por ejemplo, a través de la polimerización radical por emulsión de monómeros insaturados etilénicamente, como estireno, acrilatos o metacrilatos, como se describe en la memoria WO 00/50480.

La obtención de la dispersión de polímeros se lleva a cabo de manera, por ejemplo, por polimerización por emulsión, por suspensión, o por dispersión, preferentemente, en fase acuosa. El polímero también puede ser obtenido por polimerización por solución o en masa, eventualmente, ser triturado y las partículas poliméricas posteriormente pueden ser dispersadas de manera habitual. En el caso de la polimerización, se utiliza, para el respectivo procedimiento de polimerización, los iniciadores, emulsionantes o sustancias auxiliares para la suspensión usuales, reguladores u otras sustancias auxiliares; la polimerización se lleva a cabo de manera continua o discontinua con las temperaturas y presiones usuales para los procedimientos respectivos, en los reactores habituales.

El polvo de silicatos que contiene la mezcla de revestimiento provoca una mejor formación de película, es decir, más rápida, a partir de la dispersión de polímeros, y con ello, un endurecimiento más rápido de la pieza moldeada de

espuma. Eventualmente, pueden agregarse sustancias aglutinantes hidráulicas sobre la base de cemento, cemento calcáreo o yeso en cantidades en las que no se presente un resquebrajamiento de la espuma digno de mención.

Para el revestimiento de las partículas de espuma se pueden aplicar los procedimientos usuales, como el rociado, la inmersión o la humectación de las partículas de espuma con una dispersión acuosa de polímeros en mezcladores, dispositivos de rociado o de inmersión o equipos de cilindros usuales.

Además, las partículas de espuma revestidas acorde a la invención pueden ser revestidas adicionalmente con compuestos orgánicos anfífilos o hidrófobos. El revestimiento con medios hidrofóbicos se realiza, convenientemente, antes de la aplicación de la dispersión acuosa de polímeros acordes a la invención. Entre los compuestos orgánicos hidrófobos debemos mencionar especialmente ceras parafínicas C_{10} - C_{30} , productos de conversión de N-metilolamina y un derivado de ácidos grasos, productos de conversión de un oxoalcohol C_9 - C_{11} con óxido de etileno, óxido de propileno u óxido de butileno o (met)-acrilatos de polifluoralquilo o sus mezclas, utilizadas preferentemente en forma de emulsiones acuosas.

Los medios hidrofóbicos preferidos son ceras parafínicas con 10 a 30 átomos de C en la cadena de carbono, que presentan, preferentemente, un punto de fusión entre 10 y 70 °C, especialmente, entre 25 y 60 °C. Dichas ceras parafínicas se pueden obtener, por ejemplo, en los productos comerciales de BASF como RAMASIT KGT, PERSISTOL E y PERSISTOL HP y en AVERSIN HY-N de Henkel y CEROL ZN de Sandoz.

Otra clase de medios hidrófobos adecuados son los productos de conversión resinosos de una N-metilolamina con un derivado de ácidos grasos, por ejemplo, una amida, amina o alcohol de ácidos grasos, como se describen, por ejemplo, en la memoria US-A 2 927 090 o en GB-A 475 170. Su punto de fusión se halla, en general, entre 50 a 90 °C. Dichas resinas se pueden obtener, por ejemplo, en el producto comercial de BASF PERSISTOL HP y en ARCOPHOB EFM de Hoechst.

Finalmente, también son adecuadas, los (met)acrilatos de polifluoralquilo, por ejemplo, poliperfluorooctilacrilato. Dicha sustancia se obtiene en el producto comercial de BASF, PERSISTOL O y en OLEOPHOBOL C, de Pfersee.

Otros materiales de revestimiento son antiestáticos, como el emulsionante K30 (mezcla de alcansulfonatos secundarios de sodio) o estearatos de glicerina, como monoestearato de glicerina GMS o triestearato de glicerina. El procedimiento acorde a la invención, sin embargo, se caracteriza porque para el revestimiento de poliestireno expansible se utilizan el material de revestimiento usual, sobre todo, los estearatos, en una cantidad reducida, o se prescinde completamente de ellos, sin influir negativamente en la calidad del producto.

Para la obtención de cuerpos moldeados de espuma se pueden sinterizar en un molde las partículas de espuma provistas del revestimiento acorde a la invención. A su vez, las partículas de espuma revestidas pueden ser utilizadas en estado húmedo o tras el secado.

El secado de la dispersión de polímeros aplicada sobre las partículas de espuma puede llevarse a cabo, por ejemplo, en un lecho fluidizado, un secador de paletas o por el pasaje de aire o nitrógeno a través de una carga ligera. En general, para la formación de una película de polímero insoluble en agua es suficiente un periodo de secado de 5 minutos a 24 horas, preferentemente de 30 a 180 minutos a una temperatura entre 0 a 80°C, preferentemente, en el rango de 30 a 60 °C.

La proporción de agua de las partículas de espuma revestida tras el secado es, preferentemente, de 1 a 40 % en peso, de modo preferido, de 2 a 30 % en peso, de modo especialmente preferido, entre 5 y 15 % en peso. Se puede determinar, por ejemplo, a través de la titulación de Karl-Fischer de las partículas de espuma revestida. La relación en peso de las partículas de espuma/mezcla de revestimiento es, tras el secado, preferentemente, 2:1 a 1:10, de modo especialmente preferido, de 1:1 a 1:5.

Las partículas de espuma revestidas acorde a la invención se pueden sinterizar de manera usual en moldes con aire caliente o vapor de agua para obtener cuerpos moldeados de espuma.

En el sinterizado o la adhesión de las partículas de espuma la presión puede ser generada, por ejemplo, reduciendo el volumen del molde con un punzón móvil. En general, la presión se regula en el rango de 0,5 a 30 kg/cm². La mezcla de partículas de espuma revestidas se vierte en el molde abierto. Tras cerrar el molde, las partículas de espuma son prensadas con el punzón, eliminando el aire entre las partículas de espuma y reduciendo el volumen de los intersticios. Las partículas de espuma se ligan a través del revestimiento polimérico obteniendo cuerpos moldeados de espuma.

Preferentemente, la compresión se lleva a cabo hasta alcanzar aproximadamente el 50 % del volumen de partida. En el caso de un molde con un corte transversal de, aproximadamente 1 m², usualmente es suficiente una presión de 1 a 5 bar.

El útil de moldeo se configura correspondientemente con la geometría deseada del cuerpo moldeado de espuma. El grado de llenado se orienta, entre otros, al grosor deseado de la pieza moldeada por fabricar. Para las placas de espuma puede utilizarse un molde en forma de caja. Sobre todo en el caso de geometrías más complejas puede ser necesario comprimir la carga de partículas en el molde y eliminar así los espacios huecos indeseados. La compresión puede llevarse a cabo, por ejemplo, sometiendo el molde a vibración o a movimientos oscilantes o por medio de otras medidas adecuadas.

Para la aceleración de la unión se puede introducir en el molde aire caliente o vapor de agua, o calentar el molde. Para templar el molde se puede utilizar, sin embargo, cualquier tipo de medio portador de calor como aceite o vapor. El aire caliente, o el molde, son refrigerados convenientemente a una temperatura en el rango de 20 a 120 °C, preferentemente, de 30 a 90 °C.

Alternativamente, o de modo adicional, el sinterizado puede ser realizado de manera continua o discontinua bajo radiación de energía de microondas. Para ello se utilizan, en general, microondas en el área de frecuencia de entre 0,85 y 100 GHz, preferentemente, 0,9 a 10 GHz y tiempos de radiación entre 0,1 a 15 minutos. De esta manera, también se pueden obtener placas de espuma de un grosor de más de 5 cm.

En la utilización de aire caliente o vapor de agua con temperaturas en el rango de 80 a 150 °C o por radiación de energía de microondas se forma usualmente una sobrepresión de 0,1 a 1,5 bar, de modo que el procedimiento también se puede llevar a cabo sin una presión externa y sin reducción del volumen del molde. La presión interna obtenida por las microondas o las temperaturas elevadas permite la expansión de las partículas de espuma, asimismo, para la adhesión a través del revestimiento polimérico, éstas se pueden soldar adicionalmente a través del reblandecimiento de las partículas de espuma. A su vez, desaparecen los intersticios entre las partículas de espuma. Para la aceleración de la unión también puede calentarse adicionalmente el molde, como ya ha sido descrito, con un medio portador de calor.

Para la obtención continua de los cuerpos moldeados de espuma también son adecuadas las instalaciones de cinta doble, como aquellas utilizadas para espumas de poliuretano. Por ejemplo, las partículas de espuma, espumadas previamente y revestidas, pueden ser aplicadas en forma continua sobre la cinta metálica inferior, tras lo cual se procesan para obtener placas de espuma continuas, con o sin compresión, gracias a la confluencia de ambas cintas metálicas; eventualmente, ambas cintas pueden presentar una perforación. En un modo de realización del procedimiento, el volumen entre ambas cintas se reduce paulatinamente, a través de lo cual el producto se comprime entre las cintas y desaparecen los intersticios entre las partículas de espuma. Tras una zona de endurecimiento se obtiene una placa sinfín. En otro modo de realización, el volumen entre las cintas puede ser mantenido constante y atravesar una zona con aire caliente o radiación de microondas en la cual se espuman nuevamente las partículas de espuma. También en este caso desaparecen los intersticios y se obtiene una placa sinfín. También es posible combinar ambos procedimientos continuos.

El espesor, la longitud y el ancho de las placas de espuma pueden variar ampliamente y se limita mediante el tamaño y la fuerza de cierre de la herramienta. El espesor de las placas de espuma usualmente es de 1 a 500 mm, preferentemente, de 10 a 300 mm.

La densidad de los cuerpos moldeados de espuma acorde a DIN 53420 es, en general, de 10 a 150 kg/m³, preferentemente, de 20 a 90 kg/m³. Con el procedimiento es posible obtener cuerpos moldeados de espuma con una densidad uniforme a lo largo de todo el corte transversal. La densidad de las capas de los bordes corresponde aproximadamente a la densidad del cuerpo moldeado de espuma.

En el procedimiento también pueden utilizarse partículas de espuma trituradas de cuerpos moldeados de espuma reciclados. Para la fabricación de cuerpos moldeados de espuma acordes a la invención utilizar las espumas recicladas trituradas en un 100 % o, por ejemplo, en proporciones de 2 a 90 % en peso, especialmente, de 5 a 25 % en peso junto con material nuevo, sin reducir de manera considerable la resistencia y las características mecánicas.

Al revestimiento también pueden agregarse otros aditivos, como gomas de neumáticos viejos o vermiculita, para modificar las características mecánicas e hidráulicas.

Un procedimiento preferido comprende los siguientes pasos:

i) espumado previo de polímero de estireno expansible en partículas de espuma,

ii) aplicación sobre las partículas de espuma de una composición de revestimiento acorde a la invención a través de una dispersión acuosa de polímeros,

iii) secado de la dispersión de polímeros sobre las partículas de espuma formando una película de polímero insoluble en agua

iv) llenado de las partículas de espuma revestidas con la película de polímero en un molde y su sinterización.

El procedimiento es adecuado para la obtención de piezas moldeadas simples o complejas de de espuma, como placas, bloques, tubos, barras, perfiles, etc. Se prefiere la obtención de placas o bloques a partir de los que posteriormente se pueden serruchar placas. Pueden utilizarse, por ejemplo, en la construcción, para el aislamiento de paredes externas. Son especialmente preferidos como capa central en la obtención de un elemento sándwich, por ejemplo, los denominados paneles de insolación estructural (structural insulation panels, SIP), utilizados en la construcción de cámaras frigoríficas o pabellones de almacenamiento.

Los minerales arcillosos utilizados acorde a la invención se pueden dispersar fácilmente en dispersiones acuosas de polímeros y aplicar en las partículas espumadas previamente. La ceramización con el silicato alcalino se lleva a cabo sólo en el caso de incendio, a temperaturas de aproximadamente 500 °C. La utilización de minerales arcillosos, como caolina, en la composición de revestimiento, no produce el resquebrajamiento de las piezas moldeadas de espuma durante el sinterizado. Finalmente, la estructura cerámica porosa que se obtienen en el caso de incendio resiste temperaturas de más de 1000 °C.

Las partículas de espuma provistas del revestimiento acorde a la invención pueden ser sinterizadas formando piezas moldeadas de espuma con una elevada resistencia al fuego, E30, especialmente, E60 o F30 y, especialmente, F60 y también impiden el paso de la llama en casos de una prolongada exposición al fuego de más de 30 o 60 minutos, conservando la integridad estructural gracias a la estructura cerámica porosa obtenida.

Al construir cámaras frigoríficas o de almacenamiento, en general se colocan cintas de obturación en las juntas entre los diferentes elementos sándwich (paneles). De manera ideal, la obturación debe ser colocada de modo tal que se mantenga la hermeticidad a los gases de la junta alejada del foco de incendio aún cuando en el caso de incendio, es decir, al ser expuestos al calor, los paneles estén sometidos a modificaciones en sus dimensiones que podrían ejercer fuerza en el área de las juntas y, por ello, crear un desplazamiento en diferentes direcciones en el espacio.

Las cintas de obturación de poliuretano en general se resquebrajan a, aproximadamente, 120°C. Si la cinta de obturación es alcanzada por vapores calientes, ésta se quiebra y pierde sus características de obturación. Es así que se permite el paso de los gases calientes y el correspondiente calentamiento de los sensores de temperatura en la cara exterior.

Preferentemente, se utilizan cintas de obturación que también en el caso de a temperaturas elevadas presentan cierta elasticidad. Es decir, si la junta y la cinta se calientan y se "estiran" la cinta aún mantiene la obturación (hermeticidad al aire). De esta manera los gases no pueden salir. Esto se puede demostrar, por ejemplo, porque aún tras 30 min. prácticamente no se observa un cambio de temperaturas entre la junta y la superficie. En este caso no es necesario llevar a cabo una construcción asimétrica, ya que en el interior del horno se alcanzan temperaturas muy elevadas en un tiempo muy corto, tras lo cual las chapas exteriores de los elementos sándwich se sueltan del centro o núcleo. De este modo se crean grandes espacios libres que posibilitan que los gases escapen al interior del horno.

Las cintas de obturación no sólo deben permanecer elásticas bajo el efecto del calor, sino ser capaces de "hincharse", es decir, poseer características de hinchamiento para mantener la hermeticidad a los gases en el caso de un cambio de dimensiones en el sector de la junta, en el caso de si se forma una grieta. Preferentemente, las cintas de obturación hinchables se disponen entre las capas centrales adyacentes de los elementos sándwich, que luego se espuman paulatinamente si se agranda la junta impidiendo la expansión de la temperatura y el gas. A través de dicha medida se puede reducir la carga de temperaturas que actúa sobre la junta alejada del foco de incendio y se mejora notablemente la vida útil de la "junta externa".

También se puede pensar en estructuras espumables o estructuras fibrosas elásticas que se insertan en las juntas durante la construcción de los paneles y son prensadas en la fijación final de los paneles en la construcción inferior. En el caso de incendio, especialmente, cuando los paneles están sometido a cambios de dimensiones debido al efecto del calor, esta "capa interna" elástica puede adecuarse a las dimensiones modificadas en el sector de la junta y obturarla de manera más eficiente. Son adecuados para ello, por ejemplo, los materiales de espuma de resina de melamina (Basotect® de BASF SE), cintas de lana mineral o una cinta de espuma de poliuretano ignífuga.

Los centros o núcleos pueden ser equipados, además, con un perfil, por ejemplo, un pliegue escalonado o una ranura y resorte, con resorte integrado o insertable, de modo que los centro encastran entre sí y mejoran la obturación.

También es importante la geometría de la junta. Se prefieren las "juntas estándar" con superposiciones grandes y resistencia mecánica. Para la obturación de las juntas son adecuadas las ranuras y resortes fresados a partir del material central, por ejemplo, según el concepto de Inta-Lock, con una ranura fresada en el material central, de varios centímetros de profundidad pero con un resorte suelto que se inserta posteriormente en el lugar de

construcción. Éste puede estar fabricado de una gran cantidad de materiales resistentes al fuego y sirve, principalmente, para evitar/reducir la fuga de gas en caso de incendio, incluso en el caso de que el material central haya encogido un poco debido al efecto del calor o si los paneles se deforman en el área de la junta, lo cual, si no se insertara un resorte, provocaría una apertura y la salida de gases calientes en el sector de la junta.

- 5 Como materiales para el resorte son adecuados, por ejemplo, cintas Rigips, cintas de silicona o materiales hinchables como grafito expansible o silicatos, por ejemplo, Palusol® o la composición de revestimiento acorde a la invención, cuñas de fibras minerales, cuñas de espumas de resina de melamina (Basotect®), cintas delgadas de chapa, que pueden ser insertadas a ambos lados en una ranura delgada.
- 10 Los resortes pueden ser fijados mecánicamente a través de tornillos, remaches etc. Además, son adecuadas las capas internas y cintas de obturación elásticas que se insertan en las hendiduras metálicas del perfil de la junta y se hinchan bajo el efecto del calor, obturando dichas juntas. Durante el ensamblado de la pared de paneles, las capas internas elásticas en la superficie se comprimieron entre las capas del material central y, en el caso de incendio, si la junta se abre, encoge o deforma bajo el efecto del calor, tienen un efecto de obturación, dentro de ciertos límites, o, al menos, reducen notablemente la fuga de gases del incendio.
- 15 Algunas posibilidades de aplicación son paletas de espuma como sustituto de las paletas de madera, placas de cubrición, contenedores frigoríficos, casas rodantes. Debido a la excelente resistencia al fuego también son adecuadas para el transporte aéreo.

Ejemplos:

Obtención de mezclas de revestimiento:

- 20 A una mezcla de caolina (Fluka), polvo de silicatos (al 37 %, Wöllner) y gegebenenfalls dióxido de titanio (Kronos 2220) e hidróxido de magnesio (al 95 %, Fluka) se agregaron, bajo agitación, las cantidades en peso indicadas en la tabla 1 de una dispersión de acrilato (Acronal S790, proporción de sustancias sólidas, aprox. 50 %) y agua completamente desalinizada.

Partículas de espuma de poliestireno (densidad 10 g/l)

- 25 Poliestireno expansible que contiene grafito (Neopor® 2300 de BASF Sociedad Anónima) fue agregado a un espumador previo continuo hasta alcanzar una densidad de, aprox. 10 g/l.

Ejemplos 1- 6:

- 30 Las partículas de espuma de poliestireno se revisitaron homogéneamente en un mezclador con una mezcla de revestimiento con la composición con los porcentajes en peso indicados en la tabla 1, en una relación en peso de 1:4. Las partículas de espuma de poliestireno revestidas se colocaron en moldes de aluminio (20 cm x 20 cm) y se prensaron hasta alcanzar un 50 % del volumen original. La pieza moldeada se extrajo del molde y se determinó su conductividad térmica a 20 °C en un equipo de medición de dos placas según ANACON, tomado de DIN 52612. La reducción volumétrica fue determinada como medida de estabilidad de la estructura ceramizada tras 5 minutos de almacenamiento a 1050 °C en un horno de crisol.

- 35 Los cuerpos moldeados de espuma de los ejemplos 1 a 6 se caracterizan porque no gotean en la prueba de incendio y no se reducen bajo los efectos del calor. Son autoextinguibles. La utilización de dióxido de titanio (ejemplos 2 - 6) en el revestimiento sobre la base de polvo de silicatos/caolina provoca una reducción notable de la conductividad térmica en comparación con el ejemplo 1.

Prueba de comparación 1

- 40 Se procedió como en el ejemplo 1, pero en lugar de caolina, en el revestimiento se utilizó una solución acuosa de silicatos (silicatos de sodio de Woellner 38/40, proporción de sustancia sólida 36 %, densidad 1,37 proporción molar $\text{SiO}_2:\text{Na}_2\text{O} = 3,4$).

Tabla 1

		ej.1	ej. 2	ej.3	ej.4	ej. 5	ej. 6	V1
Composición del material de revestimiento								
	Polvo de silicatos	100	100	100	140	100	60	80
	Solución de silicatos							120
	Caolina	100	100	70	60	100	120	
	Dióxido de titanio		20	30	20	20	20	
Composición del material de revestimiento								
	Hidróxido de magnesio			10				
	Hidróxido de aluminio							
	Acronal® S 790	22	22	22	22	22	22	10
	Agua desmineralizada	80	80	80	80	80	80	
EPS/material de revestimiento		1 : 4	1 : 4	1 : 4	1 : 4	1 : 4	1 : 4	1 : 4
Condiciones de sinterización								
	Temperatura [°C]	70	70	70	70	70	70	70
	tiempo [minutos]	90	90	90	90	90	120	60
características								
	conductividad térmica λ [mW/m*K]	45	41	41		41		
	Reducción volumétrica [%] tras 5 minutos a 1050 °C	25	15	17	85	15		85

Prueba de comparación 2

- 5 A la composición de revestimiento según el ejemplo de comparación 1 se agregaron, con la misma proporción en peso polvo de silicatos (80 g) y solución de silicatos (120 g) correspondientemente con la tabla 2, diferentes cantidades de mortero de cemento (Sakret ZM), Acronal® y agua.

- 10 Las partículas de espuma de poliestireno se colocaron en un molde de aluminio (20 cm x 20 cm) y se prensaron durante 60 minutos a 70 °C, hasta alcanzar un 50 % del volumen original. Las pruebas de comparación V21 y V2m no se sinterizaron bajo presión sino que se espumaron posteriormente con vapor de agua (1bar) durante 20 segundos. La pieza moldeada se extrajo del molde y se determinó su conductividad térmica a 20 °C en un equipo de medición de dos placas según ANACON. La reducción volumétrica tras 5 minutos de almacenamiento a 1050 °C en el horno de crisol fue de aprox. 75 %. La muestra de la prueba de comparación V21 se inflamó.

Tabla 2

Prueba de comparación	EPS/cemento	Cemento [g]	Dispersión [g]	Agua [g]
V2a	1 : 4	5		5
V2b	1 : 4	20		20
V2c	1 : 4	20		20
V2d	1 : 4	180		80
V2e	1 : 4	180	10	80
V2f	1 : 6	270		120
V2g	1 : 6	270	10	120
V2h	1 : 10	450		225
V2i	1 : 10	450	10	225
V2j	1 : 15	675		337
V2k	1 : 15	675	50	337
V2l	1 : 4	120	60	
V2m	1 : 4	120	30	

Prueba de comparación 3

- 5 A la composición de revestimiento según el ejemplo de comparación 1 se agregaron, con la misma proporción en peso polvo de silicatos (80 g) y solución de silicatos (120 g) correspondientemente con la tabla 3, diferentes cantidades de hidróxido de aluminio.

- 10 Las partículas de espuma de poliestireno se colocaron en un molde de aluminio (20 cm x 20 cm) y se prensaron durante 60 minutos a 70 °C, hasta alcanzar un 50 % del volumen original. La pieza moldeada se extrajo del molde y se determinó su conductividad térmica a 20 °C en un equipo de medición de dos placas según ANACON. La reducción volumétrica se determinó tras 5 minutos de almacenamiento a 1050 °C en el horno de crisol.

Las muestras de las pruebas de comparación 3a a 3j presentaron una estabilidad muy baja de la matriz cuando fueron puestas en contacto con una llama. La reducción volumétrica tras 5 minutos de almacenamiento a 1050 °C en el horno de crisol fue en todos los casos superior al 75 %.

Tabla 3:

Prueba de comparación	EPS/cemento	Al(OH) ₃ [g]	Densidad [g/l]	λ [mW/m*K]
V3a	1 : 4	10	59	38
V3b	1 : 4	20	59	39
V3c	1 : 4	30	54	37

(continuación)

Prueba de comparación	EPS/cemento	Al(OH)3 [g]	Densidad [g/l]	λ [mW/m*K]
V3d	1 : 4	40	56	39
V3e	1 : 2	5	34	32
V3f	1 : 2	10	34	33
V3g	1 : 2	15	34	33
V3h	1 : 2	20	35	33
V3i	1 : 2	30	35	33
V3j	1 : 2	40	35	33

REIVINDICACIONES

1. Composición de revestimiento que contiene
 - a) 20 a 70 % en peso de un mineral arcilloso
 - b) 20 a 70 % en peso de un silicato alcalino
 - 5 c) 1 a 30 % en peso de un polímero formador de película
2. Composición de revestimiento acorde a la reivindicación 1, que contiene
 - a) 30 a 50 % en peso de un mineral arcilloso
 - b) 30 a 50 % en peso de un silicato alcalino
 - c) 5 a 20 % en peso de un polímero formador de película
 - 10 d) 5 a 40 % en peso de un pigmento de absorción de infrarrojos
3. Composición de revestimiento acorde a la reivindicación 1 o 2, caracterizada porque la relación en peso del mineral arcilloso respecto del silicato alcalino se halla en el área de 1 : 2 a 2 : 1.
4. Composición de revestimiento acorde a una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizada porque contiene, como mineral arcilloso, alofana $Al_2[SiO_5] \cdot O_3 \cdot n H_2O$, caolinita $Al_4[(OH)_8]Si_4O_{10}$, haloisita $Al_4[(OH)_8]Si_4O_{10} \cdot 2 H_2O$, montmorillonita (smectita) $(Al,Mg,Fe)_2[(OH)_2(Si,Al)_4O_{10}] \cdot Na_{0,33}(H_2O)_4$, vermiculita $Mg_2(Al,Fe,Mg)[(OH)_2(Si,Al)_4O_{10}] \cdot Mg_{0,35}(H_2O)_4$ o sus mezclas.
15
5. Composición de revestimiento acorde a una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizada porque como silicato alcalino contiene un silicato alcalino soluble en agua con la composición $M_2O(SiO_2)_n$ con M = sodio o potasio y n = 1 a 4 o sus mezclas.
6. Composición de revestimiento acorde a una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizada porque como polímero formador de película contiene un polimerizado por emulsión de monómeros insaturados etilénicamente, con una temperatura de transición vítrea en el rango de -30° a +80°C.
20
7. Partículas de espuma con un revestimiento acorde a una de las reivindicaciones 1 a 6.
8. Partículas de espuma acordes a la reivindicación 7, caracterizadas porque las partículas de espuma están seleccionadas entre partículas de poliolefina expandida o partículas espumadas previamente, de polímeros de estireno expansibles (EPS).
25
9. Procedimiento para la obtención de cuerpos moldeados de espuma caracterizado porque se sinterizan partículas de espuma acordes a la reivindicación 7 u 8.
10. Procedimiento acorde a la reivindicación 9, caracterizado porque comprende los pasos
30
- (i) espumado previo de polímero de estireno expansible en partículas de espuma,
(ii) aplicación de una dispersión acuosa de polímeros que contiene la composición de revestimiento acorde a una de las reivindicaciones 1 a 6, sobre las partículas de espuma,
(iii) secado de la dispersión de polímeros sobre las partículas de espuma formando una película de polímero insoluble en agua y
35
- (iv) llenado de las partículas de espuma revestidas con la película de polímero en un molde y su sinterización.
11. Procedimiento acorde a las reivindicaciones 9 o 10, caracterizado porque el sinterizado es realizado a una presión de 0,5 a 30 kg/cm².
12. Procedimiento acorde a una de las reivindicaciones 9 a 11, caracterizado porque el sinterizado es realizado de bajo la radiación de energía de microondas.

13. Procedimiento acorde a una de las reivindicaciones 9 a 12, caracterizado porque en se introduce aire caliente de vapor de agua en el molde.