

①9



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



①1 Número de publicación: **2 368 409**

②1 Número de solicitud: 201030642

⑤1 Int. Cl.:  
**C09K 21/14** (2006.01)  
**C08L 33/26** (2006.01)

⑫

SOLICITUD DE PATENTE

A1

②2 Fecha de presentación: **30.04.2010**

④3 Fecha de publicación de la solicitud: **17.11.2011**

④3 Fecha de publicación del folleto de la solicitud:  
**17.11.2011**

⑦1 Solicitante/s: **PUERTAS PADILLA, S.L.**  
**General Moscardó, 4**  
**30330 El Abujón-Cartagena, Murcia, ES**

⑦2 Inventor/es: **Lozano Blanco, Luis Javier;**  
**Godínez Seoane, Carlos;**  
**Hernández Fernández, Francisco Javier;**  
**Pérez de los Ríos, Antonia y**  
**Sánchez Segado, Sergio**

⑦4 Agente: **Carpintero López, Mario**

⑤4 Título: **Gel ignífugo para aplicaciones industriales.**

⑤7 Resumen:

Gel ignífugo para aplicaciones industriales.

El gel ignífugo objeto de la invención está basado en una formulación de acrilamida, N,N' metilen-bis-acrilamida, sulfato doble de aluminio y potasio dodecahidratado, cloruro sódico, cloruro de magnesio, persulfato amónico y metabisulfito sódico. El gel obtenido está exento de ácido bórico y sales de amina, contiene hasta un 70% de agua y la adición de los iniciadores de la polimerización se puede ajustar para que pueda conformarse el interior de los paneles de cualquier tipo de material de construcción mientras que la mezcla se mantiene fluida y no ha avanzado considerablemente el proceso de polimerización.

ES 2 368 409 A1

**DESCRIPCIÓN**

Gel ignífugo para aplicaciones industriales.

5 La presente invención hace referencia a la formulación de un gel de poliacrilamida de propiedades resistentes al fuego para su utilización como relleno en diversos materiales y elementos de construcción que están sujetos al cumplimiento de normativa específica al respecto.

**Sector de la técnica**

10

La invención se encuadra en el sector técnico de fabricación de plásticos técnicos.

**Estado de la técnica**

15 El empleo de geles hidratados como material de relleno de paneles para la construcción resistentes al fuego es una práctica sobradamente conocida para los elementos de construcción que deben cumplir determinados requisitos de resistencia al fuego. Ejemplos de estas aplicaciones se recogen en los documentos de patente US5543230 y CN101279822. La estructura tridimensional del gel puede estar basada en silicatos de metales alcalinos o en polímeros orgánicos, presentando diversas propiedades de fluidez y condiciones de producción de los mismos (temperaturas y tiempos de gelificación). Los niveles de exigencia en lo que a resistencia al fuego se refiere, están aumentando de manera considerable como consecuencia de la aparición de nueva normativa al respecto, como es el caso de la norma UNE-EN 1449:2006. En ese sentido las limitaciones en su aplicación se deben a la presencia de metales alcalinos que favorecen que el gel se derrita a altas temperaturas junto a la pérdida de agua por evaporación del gel, lo que implica el desmoronamiento de la red polimérica.

25

Los geles de poliacrilamida fueron introducidos por Raymond y Weintraub en 1959. Estos geles se forman mediante la polimerización de acrilamida en una disolución de un pH determinado que contiene el monómero, iniciadores de la polimerización y aditivos que confieren un carácter específico a cada gel, como puede ser el ácido bórico, alcoholaminas o fosfatos alcalinos. La polimerización de la acrilamida por sí sola no origina un gel, sino una especie de goma que es una disolución muy viscosa de largas cadenas lineales de poliacrilamida. Para que se forme un gel propiamente dicho es necesario que se creen uniones covalentes entre esas cadenas; para ello se añade al medio una molécula capaz de formar puentes cruzados. La más utilizada es la N,N' metilen-bis-acrilamida (BIS), por su capacidad de integrarse simultáneamente en dos cadenas en crecimiento.

30

**Resumen de la invención**

35

El gel ignífugo objeto de la invención está basado en una formulación de acrilamida, N,N' metilen-bis-acrilamida, sulfato doble de aluminio y potasio dodecahidratado, cloruro sódico, cloruro de magnesio, persulfato amónico y metabisulfito sódico. El gel obtenido está exento de ácido bórico y sales de amina, contiene hasta un 70% de agua y la adición de los iniciadores de la polimerización se puede ajustar para que pueda conformarse el interior de los paneles de cualquier tipo de material de construcción mientras que la mezcla se mantiene fluida y no ha avanzado considerablemente el proceso de polimerización.

40

**Descripción detallada de la invención**

45

La fabricación del gel se realiza a temperatura ambiente (15-25°C). En una primera etapa se disuelve en agua caliente (95°C) el alumbre de potasio, añadiendo posteriormente la acrilamida y los cloruros de sodio y potasio en las siguientes proporciones de referencia:

50

Alumbre de potasio ( $AlK(SO_4)_2 \cdot 12 H_2O$ ): 0.1-0.3 mol/mol

55

acrilamida.

Cloruro sódico (NaCl): 0.9-1.1 mol/mol

acrilamida.

60

Cloruro de magnesio ( $Mg_2Cl \cdot 6 H_2O$ ): 0.8-1 mol/mol

acrilamida.

65

Agua ( $H_2O$ ): 18-20 mol/mol

acrilamida.

## ES 2 368 409 A1

El líquido formado, de color amarillo pálido, se debe remover y a continuación pasar por una tela filtrante para eliminar las impurezas. El líquido filtrado se debe dejar enfriar ligeramente, pero no por debajo de 50°C porque posteriormente debe añadirse la N,N'-metilen-bis-acrilamida disuelta en caliente y podría cristalizar y no formar parte de la disolución final debido a su baja solubilidad en agua. El proceso de filtrado podría ser eliminado en caso de que las purzas de los reactivos fueran lo suficientemente elevadas.

En una segunda etapa se prepara el monómero N,N'-metilen-bis-acrilamida disolviéndolo en agua caliente (50°C). La solubilidad a 18°C del monómero es muy baja (1 g/L), lográndose disolver 20 g/L a 50°C. Se añade la disolución de manera que la proporción monómero/acrilamida se mantenga en el rango 0.005-0.006 molar, removiendo enérgicamente para evitar que cristalice. Esta mezcla se puede almacenar durante meses sin que esté sometido a la luz.

El iniciador empleado para la polimerización es el persulfato amónico. Se prepara disolviendo 8 g. de  $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$  PRS en 100 mL de  $\text{H}_2\text{O}$  a temperatura ambiente. Como agente regulador del pH es necesario preparar una disolución de piro-sulfito sódico, disolviendo 2 g de  $\text{Na}_2(\text{S}_2\text{O}_5)$  PRS en 100 mL de  $\text{H}_2\text{O}$  a temperatura ambiente. La dosificación de ambas disoluciones condiciona la velocidad de polimerización del gel y dependerá de la temperatura ambiente a que se esté realizando el proceso. Teóricamente se ha establecido una dosificación óptima para ambas disoluciones que oscila entre 0.5 y 1.5 mL/L disolución de acrilamida. La adición de ambos reactivos inicia el proceso irreversible de gelificación, el cual se puede monitorizar a través de la medida de la temperatura del gel.

El tipo de aplicación posterior del gel condiciona la elección exacta de las proporciones de iniciador con respecto al contenido en acrilamida del gel. El proceso de llenado de estos paneles resistentes al fuego (1) se debe comenzar con el gel justo después de haber añadido los iniciadores de la polimerización, de manera que la solidificación del gel se produzca en el interior de dicho panel. Así mismo, se debe realizar manteniendo flujo laminar a la entrada, evitando así la formación de burbujas en el interior, puesto que el oxígeno disuelto inhibe fuertemente la polimerización. La reacción de polimerización es exotérmica, y debe tenerse en cuenta que se realiza con contracción de volumen.

(1) Cualquiera que sea el material usado en dicho paneles (metal, madera, PVC, etc.), incluso vidrios formados por paneles vidriados.

### Modos de realización de la invención

La presente invención se ilustra adicionalmente mediante el siguiente ejemplo, el cual no pretende ser limitativo de su alcance.

#### Ejemplo 1

##### *Fabricación de 100 g de gel*

##### Dosificación:

Acrilamida:	0.0076 g.
AlK(SO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> :	0.0019 g.
NaCl:	7.73 g.
Mg <sub>2</sub> Cl:	10.60 g.
H <sub>2</sub> O:	66.18 g.
bis-acrilamida:	0.11 g.
(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>8</sub> :	9.02 g.
Na <sub>2</sub> (S <sub>2</sub> O <sub>5</sub> ):	6.34 g.

# ES 2 368 409 A1

## REIVINDICACIONES

1. Gel ignífugo en base acrilamida de propiedades resistentes al fuego que comprende los siguientes ingredientes:

5

Acrilamida: <0.01%.

$\text{AlK}(\text{SO}_4)_2$ : <0.01%

10

$\text{NaCl}$ : 6-9%.

$\text{Mg}_2\text{Cl}$ : 9-13%.

15

$\text{H}_2\text{O}$ : >60%.

bis-acrilamida: 0.8-0.12%.

$(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ : 8-10%.

20

$\text{Na}_2(\text{S}_2\text{O}_5)$ : 3-10%.

25 2. Gel ignífugo en base acrilamida que comprende en su formulación sulfato doble de aluminio y potasio dodecahidratado para conferir propiedades refractarias al mismo.

3. Gel ignífugo en base acrilamida que comprende en su formulación persulfato amónico como agente iniciador de la polimerización.

30

35

40

45

50

55

60

65



OFICINA ESPAÑOLA  
DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

②① N.º solicitud: 201030642

②② Fecha de presentación de la solicitud: 30.04.2010

③② Fecha de prioridad:

## INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TÉCNICA

⑤① Int. Cl.: **C09K21/14** (2006.01)  
**C08L33/26** (2006.01)

### DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
X	ES 457304 A1 (SAINT-GOBAIN INDUSTRIES) 01.02.1978, páginas 5 a 8; reivindicaciones 1 y 2	1-3
X	WO 02090284 A1 (O'KEEFFE INC.) 14.11.2002, páginas 7 a 11	1-3
A	base de datos CAPLUS, CHEMICAL ABSTARCTS SERVICE, COLUMBUS, OHIO; [recuperado el 13.10.2011] Recuperado de STN International, Número de acceso: 2008:750577 & ZHANG et al. Clarity and fireproof gelin the thin type fireproof glass, YINGYONG HUAGONG 36(5) páginas 432-435, (2007), ISSN: 1671-3206	1-3

#### Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

#### El presente informe ha sido realizado

para todas las reivindicaciones

para las reivindicaciones nº:

Fecha de realización del informe  
24.10.2011

Examinador  
M. Ojanguren Fernández

Página  
1/4

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

C09K, C08L

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

INVENES, EPODOC, WPI, CAS

Fecha de Realización de la Opinión Escrita: 24.10.2011

**Declaración**

<b>Novedad (Art. 6.1 LP 11/1986)</b>	Reivindicaciones 1	<b>SI</b>
	Reivindicaciones 2,3	<b>NO</b>
<b>Actividad inventiva (Art. 8.1 LP11/1986)</b>	Reivindicaciones	<b>SI</b>
	Reivindicaciones 1-3	<b>NO</b>

Se considera que la solicitud cumple con el requisito de aplicación industrial. Este requisito fue evaluado durante la fase de examen formal y técnico de la solicitud (Artículo 31.2 Ley 11/1986).

**Base de la Opinión.-**

La presente opinión se ha realizado sobre la base de la solicitud de patente tal y como se publica.

**1. Documentos considerados.-**

A continuación se relacionan los documentos pertenecientes al estado de la técnica tomados en consideración para la realización de esta opinión.

Documento	Número Publicación o Identificación	Fecha Publicación
D01	ES 457304 A1 (SAINT-GOBAIN INDUSTRIES)	01.02.1978
D02	WO 02090284 A1 (O'KEEFFE INC.)	14.11.2002
D03	base de datos CAPLUS, CHEMICAL ABSTARCTS SERVICE, COLUMBUS, OHIO; [recuperado el 13.10.2011] Recuperado de STN International, Número de acceso: 2008:750577 & ZHANG et al. Clarity and fireproof gelin the thin type fireproof glass, YINGYONG HUAGONG 36(5) páginas 432-435, (2007), ISSN: 1671-3206	

**2. Declaración motivada según los artículos 29.6 y 29.7 del Reglamento de ejecución de la Ley 11/1986, de 20 de marzo, de Patentes sobre la novedad y la actividad inventiva; citas y explicaciones en apoyo de esta declaración**

El objeto de la presente invención es un gel ignífugo en base acrilamida que comprende sulfato doble de aluminio y potasio dodecahidratado como agente refractario (ver reiv. 2) o persulfato amónico como iniciador(ver reiv. 3) .

El documento D1 divulga un gel en base acrilamida resistente al fuego que contiene acrilamida, un agente reticulante como metilen-bis-acrilamida, persulfato de amonio, agua y una sal soluble elegida entre alumbres y sales de metales alcalinos entre otros compuestos.

Por lo tanto, a la vista de este documento, las reivindicaciones 2 y 3 de la presente solicitud no son nuevas ni tienen actividad inventiva (art. 6.1 y 8.1 LP).

La reivindicación 1 de la presente solicitud se refiere a un gel ignífugo en base acrilamida que comprende acrilamida, sulfato doble de aluminio y potasio dodecahidratado, cloruro sódico, cloruro de magnesio, agua, bisacrilamida, persulfato amónico y pirosulfito sódico.

La única diferencia con el documento D1, considerado el estado de la técnica más cercano, es la utilización de pirosulfito sódico y cloruro de magnesio en la composición de dichos geles ignífugos. Sin embargo, el uso de estos compuestos en la fabricación de geles en base acrilamida resistentes al fuego ya es conocida ya que, en el documento D2, se divulga una composición acuosa tipo gel resistente al fuego que contiene acrilamida, bisacrilamida, agua, cloruro de sodio, y persulfato amónico y que contiene además cloruro de magnesio como compuesto retardante de la llama (ver pág. 10, lin. 17-19) y pirosulfito sódico (ver pág. 11, lin. 16-20). Sería por tanto obvio para un experto en la materia combinar ambos documentos para obtener la composición tal y como se recoge en la reivindicación 1, y por tanto, en ausencia de un efecto técnico inesperado dicha reivindicación carece de actividad inventiva (art. 8.1 LP).