



OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11) Número de publicación: 2 523 093

51 Int. Cl.:

C08J 9/00 (2006.01) C08K 7/20 (2006.01) C09K 21/02 (2006.01) C09K 21/14 (2006.01) C08G 12/32 (2006.01)

12 TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: 02.11.2011 E 11776800 (2)
- (97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: 24.09.2014 EP 2635627
- (54) Título: Espuma de resina de melamina con material de carga inorgánico
- (30) Prioridad:

05.11.2010 EP 10190085

Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente: **20.11.2014**

(73) Titular/es:

BASF SE (100.0%) 67056 Ludwigshafen, DE

(72) Inventor/es:

STEINKE, TOBIAS, HEINZ; ULANOVA, TATIANA; HAHN, KLAUS; BAUMGARTL, HORST; MÖCK, CHRISTOF; VATH, BERNHARD; NESSEL, PETER; SCHIERHOLZ, JENS-UWE; WESTER, BETTINA y QUADBECK-SEEGER, HANS-JÜRGEN

(74) Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

DESCRIPCIÓN

Espuma de resina de melamina con material de carga inorgánico

10

20

25

30

35

40

45

50

55

La presente invención se refiere a espumas de resinas de melamina, a procedimientos para su fabricación así como a su uso.

Del documento EP-A-1146070 se conoce la impregnación con una sal de amonio y del documento WO-A-2007/23118 la impregnación con silicato de sodio para la mejora de las propiedades frente al fuego de espumas de melamina-formaldehído. Sin embargo estas dejan que desear en cuanto a sus propiedades mecánicas.

Del documento DE-A-10 2007 009127 se conocen espumas basadas en resinas de melamina/formaldehído reforzadas con fibras con una proporción en fibras de 0,5% a 50% en peso. Como carga en forma de fibra se usan fibras cortas o largas de vidrio, carbono o melamina.

Del documento WO-A-2009/021963 se conoce un procedimiento para la fabricación de una espuma abrasiva basada en un producto de condensación de melamina-formaldehído, que contiene de 0,01 a 50% en peso de partículas de tamaño nanométrico inorgánicas, referido al peso del precondensado.

La presente invención se basa por tanto en el objetivo de remediar las desventajas anteriormente citadas, de forma particular proporcionar espumas de resina de melamina con propiedades frente al fuego mejoradas al mismo tiempo que buenas propiedades mecánicas.

En consecuencia se encontraron nuevas espumas de melamina/formaldehído que contienen de 80 a 98% en peso de un material de carga inorgánico, refiriéndose el % en peso al peso total del precondensado de melamina/formaldehído usado para la fabricación de la espuma y al material de carga inorgánico. Las espumas de melamina/formaldehído de acuerdo con la invención contienen de 80 a 98% en peso, preferiblemente de 80 a 95% en peso, con especial preferencia, de 85 a 95% en peso, con especial preferencia, de 85 a 90% en peso de uno o varios, por ejemplo de 1 a 10, preferiblemente de 1 a 5, con especial preferencia de 1 a 3, de forma particular 1 ó 2, con muy especial preferencia 1, materiales de carga inorgánicos, refiriéndose el % en peso respectivamente al peso total del precondensado de melamina/formaldehído usado para la fabricación de la espuma y al material de carga inorgánico.

Como materiales de carga inorgánicos son adecuadas arenas basadas en cuarzo, olivino, basalto, esferas de vidrio, fibras de vidrio, esferas de cerámica constituidas por ejemplo por óxido de circonio, silicato de circonio, wollastonita, mica, carbonato de calcio, esferas de vidrio cerámico, minerales de arcilla como, por ejemplo, caolín, sulfatos como sulfato de calcio y sulfato de bario, carbonatos como carbonato de calcio y dolomita $CaMg(CO_3)_2$, tierra de diatomeas, silicatos, como silicato de aluminio y silicato de calcio, como wollastonita $CaSiO_3$, silimanita Al_2SiO_5 , nefelina $(Na,K)AlSiO_4$, andalucita $Al_2[OSiO_4]$, feldespato $(Ba,Ca,Na,K,NH_4)(Al,B,Si)_4O_8$, silicatos laminares, como montmorillonita (esmectita) $(Al,Mg,Fe)_2[(OH)_2(Si,Al)_4O_{10}]Na_{0,33}(H_2O)_4$, vermiculita $Mg_2(Al,Fe,Mg)[(OH)_2|(Si,Al)_4O_{10}]$ $Mg_{0,35}(H_2O)_4$, alofanita $Al_2[SiO_5]_6O_3$ · nH_2O , caolinita $Al_4[(OH)_8|Si_4O_{10}]$, haloisita $Al_4[(OH)_8|Si_4O_{10}]$ · 2 H_2O , mullita $Al_8[(O,OH,F)](Si,Al)O_4]_4$, talco $Mg_3Si_4O_{10}(OH)_2$, sulfatos que contienen agua $Ca[SO_4]$ · 2 H_2O , mica como, por ejemplo, moscovita, sílice coloidal o sus mezclas, preferiblemente minerales granulares, como arena y esferas de vidrio, preferiblemente esferas de vidrio.

Los materiales de carga inorgánicos presentan por lo general un diámetro de partícula medio (media Z por dispersión de luz, Malvern, difracción de Fraunhofer) de 0,03 mm a 3 mm, preferiblemente de 0,05 mm a 2 mm, con especial preferencia de 0,1 a 1 mm, de forma particular preferiblemente de 0,1 a 0,5 mm. Los materiales de carga inorgánicos con estos diámetros de partícula medios se presentan en forma de partícula, y la relación del eje espacial más largo respecto al eje espacial más corto de la partícula se encuentra en el intervalo de 4:1 a 1:1. Preferiblemente son materiales de carga esféricos, es decir en forma de esferas.

Se pueden usar materiales de carga inorgánicos no recubiertos o recubiertos. La cantidad del material de recubrimiento se puede variar en amplios límites y es por lo general de 1 a 20% en peso, preferiblemente de 1 a 10% en peso, con especial preferencia de 1 a 5% en peso referido al material de carga, de forma ventajosa se ajusta mínimamente la cantidad del material del material de recubrimiento para asegurar el recubrimiento.

Como materiales de recubrimiento son adecuadas sustancias poliméricas, por ejemplo, resinas de melaminaformaldehído. Resinas de poliuretano, resinas de poliéster o resinas epoxi adecuadas son conocidas por el
especialista en la técnica. Tales resinas se encuentran, por ejemplo, en Encyclopedia of Polymer Science und
Technology (Wiley) en los siguientes capítulos: a) poliésteres, insaturados: edición 3, vol. 11, 2004, página 41-64; b)
poliuretanos: edición 3, vol. 4º 2003, página 26-72 y c) resinas epoxi: edición 3, vol. 9, 2004, páginas 678-804.
Además se encuentran en Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry (Wiley) en los siguientes capítulos: a)
resinas de poliéster, insaturadas: edición 6, vol. 28, 2003, páginas 65-74; b) poliuretanos: edición 6, vol. 28, 2003,
páginas 667-722 y c) resinas epoxi: edición 6, vol. 12, 2003, páginas 285-303. Adicionalmente se pueden usar
polímeros con funcionalidad amino o hidroxi, de forma particular una polivinilamina o poli(alcohol vinílico).
Igualmente es posible usar materiales de recubrimiento inorgánicos basados en grupos fosfato, silicato y borato o
combinaciones de los mismos.

Los materiales de carga inorgánicos pueden presentar para la mejor conexión a la estructura de espuma en su superficie también funcionalizaciones químicas. La funcionalización química de superficies de materiales de carga inorgánicos es conocida básicamente por el especialista en la técnica y se describe, por ejemplo, en el documento WO2005/103107.

Las espumas de melamina/formaldehído de acuerdo con la invención se tratan de un esqueleto de espuma de célula abierta, que contiene una multiplicidad de almas ramificadas tridimensionales, unidas entre sí y en las que están embebidas las cargas inorgánicas en la estructura de poros. El tamaño de partícula corresponde preferiblemente al diámetro de poro medio de la estructura de espuma (valor d₅o, media numérica, determinado por microscopía óptica o de electrones en relación con la valoración de imagen), encontrándose este diámetro de poro medio preferiblemente en el intervalo de 10 a 1000 μm, de forma particular en el intervalo de 50 a 500 μm. Las cargas inorgánicas se pueden unir por tanto de forma ideal a la estructura de poros de la espuma de célula abierta y sobre todo fijarse por todas las caras del esqueleto de poros. No se puede producir una estructura de este tipo mediante impregnación posterior de la espuma con materiales de carga inorgánicos, ya que para ello se debe seleccionar el tamaño de partícula de las cargas inorgánicas siempre de modo que el tamaño de partícula sea menor que el tamaño de poros de la espuma para asegurar una distribución en toda la espuma.

Los precondensados de melamina-formaldehído usados para la fabricación de espumas de melamina-formaldehído de acuerdo con la invención presentan por lo general una relación molar de formaldehído a melamina de 5:1 a 1,3:1, preferiblemente de 3,5:1 a 1,5:1.

Estos productos de condensación de melamina/formaldehído pueden contener además de melamina de 0 a 5% en peso, preferiblemente de 0 a 40% en peso, con especial preferencia de 0 a 30% en peso, de forma particular de 0 a 20% en peso de otros estructurantes duroplásticos y además de formaldehído de 0 a 50% en peso, preferiblemente de 0 a 40% en peso, con especial preferencia de 0 a 30% en peso, de forma particular de 0 a 20% en peso de otros aldehídos, un condensado. Se prefieren precondensados de melamina/formaldehído no modificados.

Como estructurante duroplástico son adecuados, por ejemplo, melamina sustituida con alquilo y arilo, urea, uretano, amidas de ácido carboxílico, dicianodiamida, guanidina, sulfurilamida, amidas de ácido sulfónico, aminas alifáticas, glicoles, fenol o sus derivados.

Como aldehídos son adecuados, por ejemplo, acetaldehído, trimetilolacetaldehído, acroleína, benzaldehído, furfural, glioxal, glutaraldehído, ftalaldehído, tereftalaldehído o sus mezclas. Otras particularidades sobre productos de condensación de melamina/formaldehído se encuentran en Houben-Weyl, Methoden der organischen Chemie, tomo 14/2. 1963. páginas 319 a 402.

Las espumas de melamina/formaldehído de acuerdo con la invención se pueden fabricar como sigue:

El precondensado de melamina-formaldehído y un disolvente se pueden espumar con un ácido, un dispersante, un agente expansivo y material de carga inorgánico a temperaturas por encima de la temperatura de ebullición del agente expansivo y a continuación se secan.

- En una forma de realización especial se recubren los materiales de carga inorgánicos según procedimientos conocidos por el especialista en la técnica. Esto se puede realizar por ejemplo mediante un dispositivo de pulverización en un dispositivo de mezcla (por ejemplo, mezclador intensivo de la compañía Eirich). Por tanto se consigue una humectación homogénea de los materiales de carga. En una forma de realización especial se puede endurecer el material de recubrimiento no completamente, para aumentar la unión en la espuma.
- Como precondensado de melamina/formaldehído son adecuados precondensados preparados expresamente (véanse las publicaciones de recapitulación: a) W. Woebcken, Kunststoffhandbuch 10. Duroplaste, Munich, Viena 1988, b) Encyclopedia of Polymer Science and Technology, 3ª edición, vol. 1, Cap. Amino Resins, páginas 340 a 370, 2003 c) Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, 6ª edición, vol. 2, Cap. Amino Resins, páginas 537 a 565. Weinheim 2003) o precondensados comerciales de ambos componentes, melamina y formaldehído. Los precondensados de melamina-formaldehído presentan por lo general una relación molar de formaldehído a melamina de 5:1 a 1,3:1, preferiblemente de 3,5:1 a 1,5:1.

Una variante de procedimiento preferida para la fabricación de la espuma de acuerdo con la invención comprende las etapas:

- (1) preparación de una suspensión que contiene un precondensado de melamina/formaldehído de la espuma que se va a producir, cargas inorgánicas y dado el caso otros componentes aditivos,
 - (2) espumación del precondensado mediante calentamiento de la suspensión de la etapa (1) a una temperatura por encima de la temperatura de ebullición del agente expansivo.
 - (3) secado de la espuma obtenida de la etapa (2).

30

ES 2 523 093 T3

Las etapas de procedimiento individuales y las distintas posibilidades de variación se indican más detalladamente a continuación.

Se pueden añadir en la preparación del precondensado de melamina/formaldehído alcoholes, por ejemplo, metanol, etanol o butanol, para obtener condensados parcial o completamente eterificados. Mediante la formación de grupos éter se pueden ver influenciadas la solubilidad del precondensados de melamina/formaldehído y las propiedades mecánicas del todo el material endurecido.

5

45

Como agentes dispersantes o emulsionantes se pueden usar tensioactivos aniónicos, catiónicos y no iónicos así como mezclas de los mismos.

Tensioactivos aniónicos adecuados son, por ejemplo, difenilenoxidosulfonatos, alcan- y alquilbencenosulfonatos, alquilnaftalensulfonatos, olefinsulfonatos, alquiletersulfonatos, sulfatos de alcohol graso, etersulfatos, ésteres de ácido α-sulfograso, acilaminoalcanosulfonatos, acilisotionatos, alquiletercarboxilatos, N-acilsarcosinatos, alquil- y alquileterfosfatos. Como tensioactivos no iónicos se pueden usar alquilfenolpoliglicoléteres, alcohol graso-poliglicoléteres, ácido graso-poliglicoléteres, alcanolamidas de ácido graso, copolímeros de bloques de óxido de etileno/óxido de propileno, aminóxidos, ésteres de glicerina y ácido graso, ésteres de sorbitán y alquilpoliglicósidos.

Como emulsionantes catiónicos se pueden usar, por ejemplo, sales de alquiltriamonio, sales de alquilbencildimetilamonio y sales de alquilpiridinio.

Los dispersantes o emulsionantes se pueden usar en cantidades de 0,2 a 5% en peso, referidas al precondensado de melamina/formaldehído.

Los dispersantes o emulsionantes y/o coloides protectores se pueden añadir en principio en un momento discrecional a la dispersión bruta, estos pueden sin embargo estar presentes también ya en el disolvente en la incorporación de la dispersión de microcápsulas.

Principalmente se pueden usar en el procedimiento de acuerdo con la invención tanto agentes expansivos físicos como también químicos.

Dependiendo de la elección del precondensado de melamina/formaldehído la mezcla contiene un agente expansivo.

A este respecto la cantidad del agente expansivo en la mezcla se rige por lo general por la densidad deseada de la espuma.

Como agentes expansivos son adecuados agentes expansivos "físicos" o "químicos" (Encyclopedia of Polymer Science and Technology, vol. 1, 3ª edición, capítulo Additives, páginas 203 a 218, 2003).

Como agentes expansivos "físicos" son adecuados, por ejemplo, hidrocarburos como pentano, hexano, hidrocarburos halogenados, de forma particular clorados y/o fluorados, por ejemplo, cloruro de metileno, cloroformo, tricloroetano, hidrocarburos fluoroclorados, hidrocarburos fluoroclorados parcialmente halogenados (H-FCHC), alcoholes, por ejemplo, metanol, etanol, n- o isopropanol, éteres, cetonas y ésteres, por ejemplo éster metílico de ácido fórmico, éster etílico de ácido acético o éster etílico de ácido acético, en forma líquida o aire, nitrógeno y dióxido de carbono como gases.

Como agentes expansivos "químicos" son adecuados, por ejemplo, isocianatos en mezcla con agua, liberándose como agente expansivo activo dióxido de carbono. Además son adecuados carbonatos y bicarbonatos en mezcla con ácidos, que producen igualmente dióxido de carbono. También son adecuados compuestos azo como, por ejemplo, azodicarbonamida.

En una forma de realización de la invención la mezcla contiene adicionalmente al menos un agente expansivo. Este agente expansivo se encuentra en la mezcla en una cantidad de 0,5% a 60% en peso, preferiblemente de 1 a 40% en peso, con especial preferencia de 1,5 a 30% en peso referido al precondensado de melamina/formaldehído. Se añade preferiblemente un agente expansivo físico con un punto de ebullición entre 0 y 80° C.

Como endurecedores se pueden usar compuestos ácidos (acide), que catalizan la condensación adicional de la resina de melamina. La cantidad de estos endurecedores es por lo general de 0,01 a 20% en peso, preferiblemente de 0,05 y 5% en peso, referida respectivamente al precondensado. Compuestos ácidos adecuados son ácidos inorgánicos y orgánicos, por ejemplo, seleccionados del grupo constituido por ácido clorhídrico, ácido sulfúrico, ácido fosfórico, ácido nítrico, ácido fórmico, ácido acético, ácido oxálico, ácidos toluenosulfónicos, ácidos amidosulfónicos, anhídridos de ácido y mezclas de los mismos.

En una forma de realización adicional la mezcla contiene además del precondensado de melamina/formaldehído de 50 la espuma que se fabrica y los materiales de carga inorgánicos, también un emulsionante así como dado el caso un endurecedor y dado el caso un agente expansivo.

En una forma de realización adicional la mezcla se encuentra libre de otros aditivos. Para algunos fines puede ser adecuado sin embargo añadir de 0,1 a 20% en peso, preferiblemente de 0,1 a 10% en peso, referido al precondensado de melamina/formaldehído, de aditivos habituales distintos de los materiales de carga inorgánicos,

ES 2 523 093 T3

como colorantes, agentes ignífugos, estabilizadores frente a UV, agentes para la reducción de la toxicidad de gases de combustión o para el fomento de la carbonización, aromas, abrillantadores ópticos o pigmentos. Estos aditivos se distribuyen preferiblemente de forma homogénea en la espuma.

Como pigmentos se pueden usar, por ejemplo, los pigmentos orgánicos habituales. Estos pigmentos se pueden mezclar previamente con la carga inorgánica.

Para una buena protección frente al fuego la proporción en componentes orgánicos adicionales además de la resina de melamina-formaldehído debería ser lo más baja posible en la espuma. Se prefieren espumas en las que la proporción de componentes orgánicos adicionales sea tan baja que supere el ensayo de combustión A2 según la norma DIN EN 13501-1.

- En la siguiente etapa del procedimiento de acuerdo con la invención se realiza la espumación del precondensado por lo general mediante calentamiento de la suspensión del precondensado de melamina/formaldehído y de los materiales de carga inorgánicos, para obtener una espuma que contiene materiales de carga inorgánicos. Para ello se calienta la suspensión por lo general a una temperatura por encima del punto de ebullición del agente expansivo usado y se espuma en un molde cerrado.
- Preferiblemente el aporte de energía puede realizarse mediante radiación electromagnética, por ejemplo, mediante radiación de alta frecuencia con 5 a 400 kW, preferiblemente de 5 a 200 kW, con especial preferencia de 9 a 120 kW por kilogramo de la mezcla usada en un intervalo de frecuencia de 0,2 a 100 GHz, preferiblemente de 0,5 a 10 GHz. Como fuente de radiación para la radiación eléctrica son adecuados magnetrones, pudiendo irradiarse al mismo tiempo con uno o varios magnetrones.
- 20 Las espumas producidas se secan subsiguientemente eliminándose el agua y el agente expansivo que quede en la espuma.

Se puede usar también un post-tratamiento para la hidrofobización de la espuma. Se prefiere usar a este respecto agentes de recubrimiento hidrófobos que presenten una alta estabilidad a la temperatura y una baja inflamabilidad, por ejemplo, siliconas, siliconatos o compuestos fluorados.

25 En el procedimiento descrito se generan bloques o placas de espuma que se pueden cortar a medida dando formas discrecionales.

30

45

50

Los bloques o placas de espuma se pueden termocomprimir opcionalmente en una etapa de procedimiento adicional. La termocompresión como tal es conocida por el especialista en la técnica y se describe, por ejemplo, en los documentos WO 2007/031944, EP-A 451535, EP-A 111860 y US-B 6.608.118. Mediante la termocompresión se puede conseguir frecuentemente una mejor fijación de los materiales de carga inorgánicos en la estructura de espuma de célula abierta.

La densidad de la espuma es por lo general de 3 a 100 kg/m³, preferiblemente de 10 a 100 kg/m³, con especial preferencia de 15 a 85 kg/m³, con especial preferencia de 40 a 75 kg/m³.

La espuma que se obtiene según el procedimiento de acuerdo con la invención presenta preferiblemente una estructura de célula abierta con una celularidad, medida según DIN ISO 4590, de más de 50%, de forma particular más de 80%.

El diámetro de poro medio se encuentra preferiblemente en el intervalo de 10 a 1000 μ m, de forma particular en el intervalo de 50 a 500 μ m (valor d₅₀, media numérica, determinado mediante microscopía óptica o de electrones en combinación con evaluación de imagen).

40 La espuma de acuerdo con la invención es preferiblemente elástica. Las espumas de melamina/formaldehído con altas proporciones inorgánicas de 80 a 90% en peso superan por lo general el ensayo de combustión A2 según la norma DIN EN 13501-1.

La espuma que se obtiene según el procedimiento de acuerdo con la invención se puede usar de múltiples formas para el aislamiento térmico y acústico en construcción y en construcción de automóviles, buques y vehículos a raíles, la construcción de naves espaciales o en la industria de acolchados, por ejemplo para el aislamiento térmico en el hogar o como material de aislamiento acústico, por ejemplo, en automóviles, aviones, trenes, buques, etc., en cabinas de pasajeros o en la cavidad del motor o para el acolchado de asientos y superficies de reposo así como para respaldos y reposabrazos. Preferiblemente los campos de aplicación se encuentran en ámbitos que implican alta estabilidad frente a temperatura y baja inflamabilidad, por ejemplo en quemadores de poros. Es adecuado el material también para el aislamiento en el entorno de fuerte radiación, que degrada a largo plazo los materiales orgánicos, por ejemplo, en plantas atómicas. Además el material se puede usar también como "esponja" en la industria de la limpieza para la limpieza de superficies, por ejemplo, en forma de esponjas o embebido con agentes de limpieza de todo tipo.

Para determinados campos de aplicación puede ser ventajoso prever la superficie de las espumas de acuerdo con la invención con un revestimiento o laminación conocido básicamente por el especialista en la técnica. Tales revestimientos o laminaciones pueden realizarse, por ejemplo, con obtención considerable de propiedades acústicas con los denominados sistemas "abiertos", como por ejemplo placas perforadas, o bien también con sistemas "cerrados", por ejemplo, láminas o placas de plástico, metal o madera.

Las espumas de resina de melamina de acuerdo con la invención presentan una combinación mejorada de propiedades frente al fuego y propiedades mecánicas.

Ejemplos:

5

20

25

30

45

Normas y procedimientos de medida usados:

10 DIN EN 13501-1 – Clasificación de productos y tipos de construcción en relación a su comportamiento frente al fuego:

Esta norma europea establece el procedimiento para la clasificación del comportamiento frente al fuego de productos de la construcción incluyendo los productos dentro de elementos constructivos.

Un producto de construcción que se prevé para la clase A2 debe ensayarse bien conforme a EN ISO 1182 o bien a EN ISO 1716. Adicionalmente se deben ensayar todos los productos de construcción que se prevén para la clase A2 según la norma EN 13823.

EN ISO 1716 – procedimiento de ensayo para el calor de combustión:

Este procedimiento de ensayo determina la liberación térmica máxima potencial de un producto de construcción en combustión completa, sin consideración de su aplicación práctica. El procedimiento de ensayo es adecuado para las clases A1 y A2. El procedimiento de ensayo hace posible tanto la determinación del valor de combustión como también la determinación del valor calorífico.

EN ISO 1182 - ensavo de incombustibilidad:

Este ensayo determina que productos de construcción no contribuyen o no contribuyen significativamente a un incendio, sin consideración de su aplicación práctica. El procedimiento de ensayo es adecuado para las clases A1 y A2.

EN 13823 – Procedimiento de ensayo para la SBI (Single Burning Item):

Este procedimiento de ensayo valora la contribución potencial de un producto de construcción a un incendio en desarrollo en una situación de incendio, que simula un objeto en combustión individual (Single Burning Item, SBI) en una esquina próxima a este producto de construcción. El procedimiento de ensayo es adecuado para las clases A2, B, C y D.

La clase de combustión A2 en los siguientes ejemplos (comparativos) se determinó según las normas EN ISO 1716 y EN 13823.

Propiedades mecánicas, elasticidad:

Las medidas de presión del punzón para la valoración de las propiedades mecánicas de las espumas de resina de melamina se realizan según la norma US-A-4 666 948. Para ello se presionó un pistón cilíndrico con un diámetro de 8 mm y una altura de 10 cm en una probeta cilíndrica con el diámetro de 11 cm y una altura de 5 cm en la dirección de la espuma con un ángulo de 90° hasta que la probeta se fisura. La fuerza de desgarre [N], en lo sucesivo denominada también valor de presión por punzón, da información sobre la calidad de la espuma.

Ejemplo comparativo A

40 Fabricación de una espuma de melamina/formaldehído sin materiales de carga (según documento WO-A-2009/021963).

Se disolvieron 75 partes en peso de un precondensado de melamina/formaldehído secado por aspersión (relación en moles 1:3) en 25 partes en peso de agua, se añadieron 3% en peso de ácido fórmico, 2% en peso de un alquil C₁₂/C₁₄-sulfato de sodio, 38% en peso de pentano, refiriéndose los % en peso respectivamente al precondensado, a continuación se agitó y luego se espumó en un molde de polipropileno (para la espumación) mediante irradiación de energía de microondas. Tras la espumación se secó durante 30 minutos.

La espuma de melamina/formaldehído presenta una densidad de 3,5 g/l y un valor de presión por punzón de 10,4 N. La espuma no cumple los requerimientos de la clase de combustión A2 según la norma DIN EN 13501-1.

Ejemplo comparativo B

Fabricación de una espuma de melamina/formaldehído con 75% en peso, referido al peso total del precondensado de melamina/formaldehído usado para la fabricación de la espuma y material de carga inorgánico, esferas de vidrio como material de carga:

Se disolvieron 75 partes en peso de un precondensado de melamina/formaldehído secado por aspersión (relación en moles 1:3) en 25 partes en peso de agua, se añadieron 3% en peso de ácido fórmico, 2% en peso de un alquil C₁₂/C₁₄-sulfato de sodio, 38% en peso de pentano, refiriéndose los % en peso respectivamente al precondensado, y 225 partes en peso perlas de vidrio de tipo microesfera (distribución del tamaño de partícula ("DTP") en el intervalo de 0,2 a 0,3 mm, diámetro de partícula medio de 0,25 mm, Sigmund Lindner GmbH), a continuación se agitó y luego se espumó en un molde de polipropileno (para la espumación) mediante irradiación de energía de microondas. Tras la espumación se secó durante 30 minutos.

La espuma de melamina/formaldehído presenta una densidad de 18 g/l y un valor de presión por punzón de 23,7 N. La espuma no cumple los requerimientos de la clase de combustión A2 según la norma DIN EN 13501-1.

Ejemplo comparativo C

Fabricación de una espuma de melamina/formaldehído con 77,5% en peso, referido al peso total del precondensado de melamina/formaldehído usado para la fabricación de la espuma y material de carga inorgánico, esferas de vidrio como material de carga:

La realización del ejemplo se realizó de forma análoga al ejemplo comparativo B, pero se usaron 258 partes en peso de perlas de vidrio de tipo microesfera (DTP en el intervalo de 0,2 a 0,3 mm, diámetro de partícula medio de 0,25 mm. Sigmund Lindner GmbH).

La espuma de melamina/formaldehído presenta una densidad de 21 g/l. La espuma no cumple los requerimientos de la clase de combustión A2 según la norma DIN EN 13501-1.

Ejemplo comparativo D

Fabricación de una espuma de melamina/formaldehído con 90% en peso, referido al peso total de precondensado de melamina/formaldehído usado para la fabricación de la espuma y material de carga inorgánico, esferas de vidrio como material de carga:

La realización del ejemplo se realizó de forma análoga al ejemplo comparativo B, pero se usaron 675 partes en peso de perlas de vidrio de tipo microesfera (DTP en el intervalo de 0 a 0,02 mm, diámetro de partícula medio de 0,01 mm, Sigmund Lindner GmbH).

30 No se obtuvo espuma flexible alguna.

Ejemplo 1

20

25

Fabricación de una espuma de melamina/formaldehído con 80% en peso, referido al peso total del precondensado de melamina/formaldehído usado para la fabricación de la espuma y material de carga inorgánico, perlas de vidrio como material de carga:

Se disolvieron 75 partes en peso de un precondensado de melamina/formaldehído (relación en moles 1:3) en 25 partes en peso de agua, se añadieron 3% en peso de ácido fórmico, 2% en peso de un alquil C₁₂/C₁₄-sulfato de sodio, 38% en peso de pentano, refiriéndose los % en peso respectivamente al precondensado, y 300 partes en peso de perlas de vidrio de tipo microesfera (DTP en el intervalo de 0,2 a 0,3 mm, diámetro de partícula medio de 0,25 mm, Sigmund Lindner GmbH), a continuación se agitó y luego se espumó en un molde de polipropileno (para la espumación) mediante irradiación de energía de microondas. Tras la espumación se secó durante 30 minutos.

La espuma presenta una densidad de 27 g/l, un valor de presión por punzón de 22,5 N y cumple los requerimientos de la clase de combustión A2 según norma DIN EN 13501-1.

Ejemplo 2

Fabricación de una espuma de melamina/formaldehído con 90% en peso, referido al peso total del precondensado de melamina/formaldehído usado para la fabricación de la espuma y material de carga inorgánico, perlas de vidrio como material de carga:

La realización del ejemplo se realizó de forma análoga al ejemplo 1, pero se usaron 675 partes en peso de perlas de vidrio de tipo microesfera (DTP en el intervalo de 0,2 a 0,3 mm, diámetro de partícula medio de 0,25 mm, Sigmund Lindner GmbH).

La espuma presenta una densidad de 51 g/l, una presión por punzón de 13,5 N y cumple los requerimientos de la clase de combustión A2 según norma DIN EN 13501-1.

Ejemplo 3

Fabricación de una espuma de melamina/formaldehído con 90% en peso, referido al peso total del precondensado de melamina/formaldehído usado para la fabricación de la espuma y material de carga inorgánico, perlas de vidrio como material de carga:

La realización del ejemplo se realizó de forma análoga al ejemplo 1, pero se usaron 675 partes en peso de perlas de vidrio de tipo microesfera (DTP en el intervalo de 0,04 a 0,07 mm, diámetro de partícula medio de 0,06 mm, Sigmund Lindner GmbH).

La espuma presenta una densidad de 51 g/l, una presión por punzón de 5,8 N y cumple los requerimientos de la clase de combustión A2 según norma DIN EN 13501-1.

Ejemplo 4

Fabricación de una espuma de melamina/formaldehído con 90% en peso, referido al peso total del precondensado de melamina/formaldehído usado para la fabricación de la espuma y material de carga inorgánico, perlas de vidrio como material de carga:

La realización del ejemplo se realizó de forma análoga al ejemplo 1, pero se usaron 675 partes en peso de perlas de vidrio de tipo microesfera (DTP en el intervalo de 0,07 a 0,11 mm, diámetro de partícula medio de 0,09 mm, Sigmund Lindner GmbH).

La espuma presenta una densidad de 51 g/l, una presión por punzón de 7,8 N y cumple los requerimientos de la clase de combustión A2 según norma DIN EN 13501-1.

Ejemplo 5

Fabricación de una espuma de melamina/formaldehído con 90% en peso, referido al peso total del precondensado de melamina/formaldehído usado para la fabricación de la espuma y material de carga inorgánico, arena cuarzosa como material de carga:

La realización del ejemplo se realizó de forma análoga al ejemplo 1, pero se usaron 675 partes en peso de arena cuarzosa (DTP en el intervalo de 0,3 a 0,7 mm, diámetro de partícula medio de 0,5 mm).

La espuma presenta una densidad de 51 g/l, una presión por punzón de 3,7 N y cumple los requerimientos de la clase de combustión A2 según norma DIN EN 13501-1.

30 Ejemplo 6

25

35

40

Fabricación de una espuma de melamina/formaldehído con 90% en peso, referido al peso total del precondensado de melamina/formaldehído usado para la fabricación de la espuma y material de carga inorgánico, olivino como material de carga:

La realización del ejemplo se realizó de forma análoga al ejemplo 1, pero se usaron 675 partes en peso de olivino (DTP en el intervalo de 0,25 a 0,5 mm, diámetro de partícula medio de 0,4 mm, Vanguard 250-500, Sibelco).

La espuma presentaba una densidad de 51 g/l, una presión por punzón de 1,6 N y cumplía los requerimientos de la clase de combustión A2 según DIN EN 13501-1.

Ejemplo 7

Fabricación de una espuma de melamina/formaldehído con 95% en peso, referido al peso total del precondensado de melamina/formaldehído usado para la fabricación de la espuma y material de carga inorgánico, Carbolite como material de carga:

La realización del ejemplo se realizó de forma análoga al ejemplo 1, pero se usaron 1425 partes en peso de Carbolite 20/40 (DTP en el intervalo de 0,6 a 0,85 mm, diámetro de partícula medio de 0,7 mm, Carboceramics).

La espuma presentaba una densidad de 87 g/l, una presión por punzón de 6,9 N y cumplía los requerimientos de la clase de combustión A2 según norma DIN EN 13501-1.

ES 2 523 093 T3

Ejemplo 8

Fabricación de una espuma de melamina/formaldehído con 90% en peso, referido al peso total de precondensado de melamina/formaldehído usado para la fabricación de la espuma y material de carga inorgánico, mullita como material de carga:

La realización del ejemplo se realizó de forma análoga al ejemplo 1, pero se usaron 675 partes en peso de mullita (M72, DTP en el intervalo de 0 a 0,5 mm, diámetro de partícula medio 0,25 mm, Nabaltec).

La espuma presentaba una densidad de 63~g/l, una presión por punzón de 4,6~N~y~cumplía los requerimientos de la clase de combustión A2 según norma DIN EN 13501-1.

REIVINDICACIONES

1. Espumas de melamina/formaldehído que contienen de 80 a 98% en peso de un material de carga inorgánico, refiriéndose el % en peso al peso total del precondensado de melamina/formaldehído usado para la fabricación de la espuma y al material de carga inorgánico, caracterizadas porque los materiales de carga inorgánicos tienen diámetros de partícula medios de 0,03 mm a 3 mm y se presentan en forma de partícula, encontrándose la relación del eje espacial más largo respecto al eje espacial más corto de la partícula en el intervalo de 4:1 a 1:1.

5

- 2. Espumas de melamina/formaldehído según la reivindicación 1, caracterizadas porque estas contienen de 80 a 95% en peso de un material de carga inorgánico, refiriéndose el % en peso al peso total del precondensado de melamina/formaldehído usado para la fabricación de la espuma y al material de carga inorgánico.
- 3. Espumas de melamina/formaldehído según la reivindicación 1 ó 2, caracterizadas porque como material de carga inorgánico se usa cuarzo, olivino, basalto, esferas de vidrio, fibras de vidrio, esferas de cerámica, minerales de arcilla, sulfatos, carbonatos, tierra de diatomeas, silicatos, sílice coloidal o sus mezclas.
 - 4. Espumas de melamina/formaldehído según una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizadas porque los materiales de carga inorgánicos son partículas en forma de esfera.
- 5. Espumas de melamina/formaldehído según una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizadas porque los materiales de carga inorgánicos están embebidos en la estructura de poros de la espuma y el diámetro de partícula medio corresponde al diámetro de poro medio de la estructura de espuma.
 - 6. Espumas de melamina/formaldehído según una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizadas porque la densidad de la espuma de melamina/formaldehído es menor de 100 g/l.
- 7. Procedimiento para la fabricación de las espumas de melamina/formaldehído según una de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque se espuman precondensados de melamina-formaldehído en un disolvente con un ácido, un dispersante, un agente expansivo y material de carga inorgánico a temperaturas por encima de la temperatura de ebullición del agente expansivo y a continuación se secan.
- 8. Uso de las espumas de melamina/formaldehído según la reivindicación 1 a 6 para el aislamiento térmico y acústico en la construcción, en construcción de vehículos automóviles, buques y vehículos a raíles, la construcción de vehículos espaciales o en la industria del acolchado.