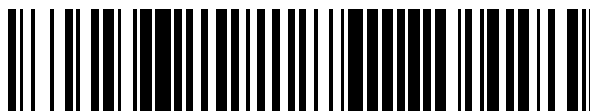


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 702 107**

51 Int. Cl.:

C08J 9/236 (2006.01)
C08J 9/32 (2006.01)
C08J 9/35 (2006.01)
C08L 25/06 (2006.01)
C08L 61/10 (2006.01)
B29C 44/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **07.05.2014 PCT/AU2014/050028**

87 Fecha y número de publicación internacional: **13.11.2014 WO14179841**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **07.05.2014 E 14794981 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **29.08.2018 EP 2994504**

54 Título: **Procedimientos de preparación de materiales compuestos de espuma**

30 Prioridad:

07.05.2013 AU 2013901616

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

27.02.2019

73 Titular/es:

**XFLAM PTY LTD (100.0%)
3 Suite 3.01. 150 Albert Road
South Melbourne VIC 3205, AU**

72 Inventor/es:

**BRACEGIRDLE, WREN;
MONTI, MICHAEL;
SMYTH, GORDON;
CLARKE, STEPHEN;
MCMILLAN, STEPHEN;
GLYNN, JULIAN y
ORPIN, MURRAY**

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

ES 2 702 107 T3

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

Procedimientos de preparación de materiales compuestos de espuma

5 Campo

La presente divulgación se refiere a procedimientos de preparación de materiales compuestos de espuma poliestireno-fenólica y también describe composiciones precursoras. Los procedimientos producen materiales compuestos que tienen propiedades ventajosas en particular, aunque no exclusivamente, útiles en aplicaciones de aislamiento y piroresistentes.

Antecedentes

Las placas o formas de espuma de poliestireno son ampliamente utilizadas para el aislamiento térmico y acústico en la construcción de edificios. El procedimiento convencional para la producción de una plancha o forma de espuma de poliestireno es el siguiente:

1. poliestireno expandible es suministrado por el fabricante en forma de partículas graduada para el tamaño de partículas. Este poliestireno de partículas tiene una proporción de agente de soplado, tal como pentano disuelto en ello.

2. Las partículas se exponen al calor, por lo general mediante vapor, en un lecho fluidizado. A medida que las partículas pasan de la parte inferior del lecho fluidizado a la parte superior, éstas se ablandan y como el pentano se pierde en la solución sólida, el gas liberado hace que las partículas de poliestireno reblandecidas se expandan hasta cincuenta veces su volumen original. Las partículas se vuelven aproximadamente a su forma esférica con una densidad muy baja. Las partículas de poliestireno expandido se recogen en la parte superior del lecho. Las partículas todavía contienen una pequeña cantidad de pentano después de este procedimiento de expansión primaria.

3. Las partículas secas se introducen en moldes cuyas paredes son penetradas por muchas aperturas pequeñas. Las partículas secas se pueden comprimir entonces. El vapor se introduce en el recipiente que contiene las partículas de poliestireno. Las partículas de poliestireno se ablandan y el pentano residual se libera. En esta segunda etapa, la expansión del volumen del relleno es contenida por las paredes del molde obligando a las partículas entre sí y fusionándolas para formar una sola masa, de peso ligero de espuma de poliestireno expandido.

4. Si el molde está en forma de un bloque, los bloques de poliestireno expandido se cortan posteriormente en placas. Estas láminas finas se pueden utilizar como los núcleos de las paredes o paneles aislantes.

Una desventaja de espumas de poliestireno es su alta propensión a quemarse y/o fundirse en un incendio que conduce a la pérdida de fuerza estructural. En contraste, las espumas con una matriz de resina fenólica, es decir espumas fenólicas, como una clase de materiales, son conocidas por su excelente resistencia al fuego y propiedades térmicas, pero su potencial comercial en muchos campos de aplicación se ve impedida debido a sus propiedades estructurales pobres caracterizadas por su alta fragilidad y friabilidad.

Sería deseable identificar nuevos productos de espuma que abordan las limitaciones anteriores y aún más deseable emplear procedimientos de fabricación que utilizan comúnmente equipos empleados de procedimiento, tales como moldeo en bloque de vapor.

Resumen

Se proporciona un procedimiento de preparación de un material compuesto de espuma poliestireno-fenólica que comprende las etapas que consisten en:

- a) formar una mezcla de microesferas termoplásticas expandibles, resina fenólica tipo resol reactiva, y partículas de poliestireno expandibles, en presencia de un catalizador ácido, en el que las microesferas termoplásticas contienen un propelente encapsulado dentro de una cubierta polimérica termoplástica, y en el que las partículas de poliestireno expandibles contienen al menos un agente de soplado; y
- b) acondicionar la mezcla para curar parcialmente la resina fenólica tipo resol reactiva; y
- c) curar adicionalmente la mezcla acondicionada con vapor para formar el material compuesto.

De manera incidental, el documento EP-A-1 420 042 desvela en su ejemplo 4, un procedimiento de fabricación de paneles de construcción aislantes, en los que 100 partes de una resina fenólica tipo resol reactiva (J20/1235L ex Borden Chemical), 10 partes de microesferas termoplásticas pre-expandidas que tienen un tamaño promedio de partículas de aproximadamente 40 μm , obtenidos al expandir microesferas termoplásticas expandibles que contienen isobutano como propelente líquido encapsulado dentro de una cubierta de polímero termoplástico derivado de cloruro de vinilideno y acrilonitrilo (Expancel 551 WE40 d36 ex Casco Products), 2 partes de tensioactivo (DC 193 ex Dow Corning) y 20 partes de ácido bórico (Optibos TG ex Borax) se premezclan, y

posteriormente, se añaden 4 a 5 partes, con respecto a 100 partes de la mezcla mencionada anteriormente, de un catalizador ácido (Phencat ex Borden Chemical). Tras el curado, se obtienen paneles de construcción aislantes.

5 En una realización preferida del procedimiento de la invención, la mezcla acondicionada que comprende la resina fenólica tipo resol parcialmente curada tiene un contenido de agua inferior a 10 % en peso basado en el peso total de la mezcla acondicionada y agua.

10 En cualquiera de los procedimientos antes mencionados posteriores a la combinación de la resina fenólica tipo resol con catalizadores ácidos, la mezcla resultante se puede combinar con las partículas de poliestireno expandibles en un plazo de 30 minutos, cuando dicha mezcla está a una temperatura de 20 °C, o la mezcla puede ser combinada con partículas de poliestireno expandibles en un plazo de 15 minutos, cuando dicha mezcla está a una temperatura de 20 °C, o la mezcla se puede combinar con las partículas de poliestireno expandibles en un plazo de 10 minutos, cuando dicha mezcla está a una temperatura de 20 °C.

15 Las mezclas acondicionadas tienen excelentes cualidades de manejo. Estas composiciones particuladas tienen una fluidez ventajosamente alta, lo que permite la facilidad de transferencia y manipulación de las partículas durante las operaciones de fabricación.

20 El término parcialmente curado, como se utiliza en la presente memoria, significa que la resina fenólica tipo resol no puede haber sido sometida a temperaturas superiores a 80 °C, o no superiores a 70 °C, o la resina fenólica tipo resol no puede haber sido sometida a temperaturas superiores a 80 °C, o no superiores a 70 °C, durante más de 1 hora, o la resina fenólica tipo resol puede no haber sido sometida a temperaturas superiores a 80 °C, o no superiores a 70 °C, durante más de 0,5 horas.

25 Al menos uno de los constituyentes de las composiciones de partículas se puede proporcionar en forma de una solución, dispersión o suspensión acuosa. Durante el procedimiento de acondicionamiento, una parte del agua se puede eliminar de la composición, con el resultado de que la composición de partículas se vuelva esencialmente seca de manera que está libre de flujo y es fácilmente transferible. Como se utiliza en este contexto, el término "esencialmente" significa que la composición de partículas contiene menos de 10 % en peso de agua basado en el peso total de la composición y agua, o menos de 7 % en peso de agua, o menos de 5 % en peso de agua, o menos de 3 % en peso de agua, o menos de 1 % en peso de agua, o 0 % de agua.

35 Los procedimientos desvelados en la presente memoria pueden producir una resina fenólica tipo resol parcialmente curada que es esencialmente insoluble en agua.

40 Los procedimientos desvelados en la presente memoria pueden comprender la etapa opcional de combinación de un material de relleno con una o más de las microesferas termoplásticas expandibles, resina fenólica tipo resol reactiva o partículas de poliestireno expandibles o mezclas de las mismas antes del acondicionamiento. El material de relleno puede ser añadido a las microesferas termoplásticas expandibles. Un intervalo de materiales de relleno está disponible. Uno o más materiales de relleno se pueden utilizar dependiendo de las características requeridas del producto final. Los materiales de relleno adecuados, no limitantes incluyen sílice en partículas, talco, caolín, arcilla y dióxido de titanio, fibra de vidrio, nanocompuestos o nanopartículas. Se pueden utilizar los compuestos inorgánicos, por ejemplo, compuestos inorgánicos en forma de partículas. El filtro puede estar presente en cantidades de 0,5-60 % en peso, o 1-20 % en peso, o 2-15 % en peso basado en el peso total de la composición en partículas. Las propiedades del material de relleno pueden ser adecuadamente modificadas por un tratamiento con uno o más agentes, por ejemplo, para modificar las propiedades superficiales del material de relleno. Tal tratamiento puede, por ejemplo, reducir la solubilidad de materiales de relleno solubles en un líquido, particularmente un líquido acuoso. La selección del(los) agente(s) modificador(es) dependerá de las características deseadas del material de relleno. Una clase de agentes de modificación incluye silanos.

50 El material de relleno puede tener un tamaño de partículas comprendido entre 0,1 mm y 5 mm o el tamaño de partículas puede estar comprendido entre 0,5 mm y 2 mm. El material de relleno en partículas puede ser ácido bórico granular. El tamaño de partículas del ácido bórico granular puede ser de aproximadamente 1 mm. El ácido bórico granular puede ser tratado con un silano para producir un ácido bórico granular revestido de silano. El silano puede servir para reducir la solubilidad en agua del ácido bórico.

55 Las microesferas termoplásticas se pueden combinar con las partículas de poliestireno expandibles y la resina fenólica tipo resol, opcionalmente en presencia del material de relleno, y la mezcla resultante se trató con catalizador ácido.

60 Las microesferas termoplásticas pueden primero ser tratadas con catalizador ácido y la mezcla resultante se combina con partículas de poliestireno expandibles y resina fenólica tipo resol. El material de relleno puede entonces ser añadido a la mezcla resultante. Alternativamente, el material de relleno puede añadirse al mismo tiempo que se combinan las microesferas termoplásticas, partículas de poliestireno expandibles y la resina fenólica de tipo resol.

65 Otros componentes pueden ser incluidos en los procedimientos desvelados en la presente memoria para mejorar las propiedades físicas particulares del producto o para reducir los costos. Estos se pueden añadir a uno o más del

5 poliestireno expandible, la resina fenólica tipo resol o las microesferas termoplásticas o en cualquier etapa de mezclado de estos componentes. Por ejemplo, los retardadores del fuego que contienen, por ejemplo, cloro, bromo, boro, fósforo o amoníaco, especialmente fosfato de amonio se pueden añadir para mejorar la resistencia al fuego. El grafito expandible también puede emplearse de forma útil. El grafito puede expandirse cuando se expone a altas temperaturas como ocurriría en un incendio.

Uno o más tensioactivos pueden incluirse también en los procedimientos desvelados en la presente memoria. Los tensioactivos adecuados incluyen poliéteres de silicona, por ejemplo, copolímeros de glicol de silicona.

10 Los repelentes de agua, tales como emulsiones acuosas que contienen silicio también pueden ser añadidos para controlar o reducir la absorción de agua.

15 Uno o más de los constituyentes de los procedimientos desvelados en la presente memoria se pueden tratar con otros aditivos y/o modificadores. Por ejemplo, pueden ser tratados con un modificador de conductividad térmica tal como carbono, particularmente un carbono disperso acuoso. Las microesferas termoplásticas pueden ser tratadas con un modificador de conductividad térmica, tal como carbono, particularmente un carbono disperso acuoso.

También se describe un procedimiento de preparación de una composición de partículas que comprende las etapas que consisten en:

- 20
- a) formar una mezcla de microesferas termoplásticas expandibles y catalizador ácido;
 - b) combinar la mezcla formada en a) con la resina fenólica tipo resol reactivo;
 - c) combinar la mezcla formada en b) con partículas de poliestireno expandibles;
 - d) acondicionar la mezcla formada en d) para curar parcialmente la resina fenólica tipo resol reactiva.

25 También se describe un procedimiento de preparación de una composición de partículas que comprende las etapas que consisten en:

- 30
- a) formar una mezcla de microesferas termoplásticas expandibles y catalizador ácido;
 - b) combinar la mezcla formada en a) con la resina fenólica tipo resol reactivo;
 - c) combinar la mezcla formada en b) con partículas de poliestireno expandibles;
 - d) acondicionar la mezcla formada en c);

35 en el que la composición de partículas tiene un contenido de agua inferior a 10 % en peso basado en el peso total de la composición y agua.

Opcionalmente, uno o más materiales de relleno se pueden añadir en una cualquiera o más de las etapas a), b) o c). Opcionalmente uno o más aditivos tales como tensioactivos o de carbono, opcionalmente en forma dispersada, pueden añadirse en una cualquiera o más de las etapas a), b) o c).

40 Una o más etapas de los procedimientos desveladas en la presente memoria pueden realizarse en modos continuos o por lotes.

45 Partículas de poliestireno expandibles

Las partículas de poliestireno expandibles pueden tener un tamaño promedio de partículas comprendido entre 0,1 y 5 mm, o un tamaño promedio de partículas comprendido entre 0,5 y 3 mm, o un tamaño promedio de partículas comprendido entre 0,5 y 1,5 mm o un tamaño promedio de partículas comprendido entre 0,7 y 1,0 mm.

50 Las partículas de poliestireno expandibles contienen al menos un agente de soplado. El agente de soplado de poliestireno y la técnica pueden comprender el empleo de agentes de soplado físicos líquidos, los agentes que son líquidos volátiles que producen un gas de soplado a través de la vaporización del agente de soplado o a través de la descomposición del agente de soplado cuando se calienta.

55 Numerosos agentes de soplado adecuados para su uso son bien conocidos en la técnica. El agente de soplado puede ser un líquido que tiene un punto de ebullición a presión atmosférica comprendido entre - 50° y 100 °C, o entre 0° y 50 °C.

60 Ejemplos de agentes de soplado incluyen compuestos orgánicos tales como hidrocarburos, hidrocarburos halogenados, alcoholes, cetonas y éteres. Ejemplos específicos de agentes de soplado de hidrocarburos incluyen propano, butano, pentano, isopentano y hexano. El pentano es un agente de soplado a modo de ejemplo.

La cantidad de agente de soplado presente en las partículas de poliestireno expandibles puede estar comprendida entre 1 y 12 % en peso, o entre 2 y 10 % o entre 4 y 8 %.

65

Las partículas de poliestireno expandibles pueden ser derivadas de polímeros de estireno que son comúnmente utilizados para la preparación de partículas de poliestireno que han de ser sopladas para formar partículas de espuma de poliestireno. Así como el uso de estireno como único monómero, se puede utilizar otra adición de monómeros polimerizables y tales copolímeros están abarcados por el término poliestireno en esta memoria descriptiva. El estireno está siempre presente como el principal componente del polímero de poliestireno.

Las partículas de poliestireno expandibles pueden ser partículas de poliestireno sin expandir o expandido parcialmente o mezclas de las mismas. Las partículas de poliestireno expandibles pueden estar parcialmente expandidas. Cuando se utilizan partículas de poliestireno parcialmente expandido entonces su densidad puede estar comprendida entre 5 kg/m³ y 20 kg/m³, o entre 7 y 18 kg/m³, o entre 9 kg/m³ y 14 kg/m³.

Las partículas de poliestireno expandibles pueden ser modificadas por la adición de uno o más aditivos, tales como retardadores de llama, supresores de humo, agentes antiestáticos, mejoradores de la fluidez, modificadores de espuma, y otros aditivos comúnmente encontrados o utilizados en partículas de poliestireno expandibles. Por ejemplo, las partículas de poliestireno expandibles pueden estar recubiertas o impregnadas con carbón o grafito.

Resina fenólica tipo resol reactiva

Las resinas de fenol-formaldehído catalizada por bases hechas con una relación formaldehído a fenol de más de uno (por lo general alrededor de 1,5) pueden denominarse resoles. Una resina fenólica tipo resol reactiva adecuada como se utiliza en la presente memoria puede tener una viscosidad de entre 500-4.000 mPa.s (cP) a una temperatura de 25 °C, o una viscosidad de entre 1.000-3.000 mPa.s (cP) a una temperatura de 25 °C. La resina fenólica tipo resol reactiva como se utiliza en la presente memoria puede tener un contenido de agua de 2-7 % en peso basado en el peso total de la resina fenólica tipo resol reactiva y agua, o un contenido de agua de 3-6 % en peso basado en el peso total de la resina fenólica tipo resol reactiva y agua. La resina fenólica tipo resol reactiva tal como se utiliza en la presente memoria puede tener un contenido libre de fenol inferior a 25 % en peso con respecto al peso total de la resina fenólica tipo resol reactiva y agua, o menos de 20 % en peso, o menos de 18 % en peso. El contenido libre de fenol puede estar entre 10 % y 20 % en peso, o puede estar entre 14 % y 18 % en peso. La resina fenólica tipo resol reactiva tal como se utiliza en la presente memoria puede tener un contenido libre de formaldehído de menos de 3 % en peso, o un contenido libre de formaldehído de menos de 1 % en peso con respecto al peso total de la resina fenólica tipo resol reactiva y agua. La resina fenólica tipo resol reactiva puede tener un pH de 7 o menos, o un pH de 6,6 o menos. La resina fenólica tipo resol reactiva puede tener una cualquiera o cualquier combinación de las características desveladas anteriormente.

Microesferas termoplásticas expandibles

Las microesferas termoplásticas expandibles, como se utiliza en la presente memoria pueden tener un tamaño promedio de partículas de entre 1 y 100 µm, o un tamaño promedio de partículas de entre 2 y 50 µm (micrómetros), o un tamaño promedio de partículas de entre 5 y 20 µm (micrómetros). Las microesferas termoplásticas expandibles se pueden derivar de microesferas no expandidas o parcialmente expandidas o una mezcla de las mismas, y comprenden una cubierta de polímero termoplástico hecha de un homopolímero o copolímero. Se pueden utilizar mezclas de diferentes microesferas termoplásticas.

La cubierta de polímero termoplástico de las microesferas termoplásticas se puede derivar de monómeros seleccionados entre el grupo que consiste en acrilonitrilo, metacrilonitrilo, α-cloroacrilonitrilo, α-etoxiacrilonitrilo, fumaroacrilonitrilo, crotoacrilonitrilo, ésteres acrílicos, ésteres metacrílicos, cloruro de vinilo, cloruro de vinilideno, dicloruro de vinilideno, vinilpiridina, ésteres vinílicos, y derivados o mezclas de los mismos.

La cubierta de polímero termoplástico se puede derivar del monómero de cloruro de vinilideno.

Las microesferas termoplásticas expandibles pueden contener un propelente encapsulado dentro de la cubierta de polímero termoplástico. Las microesferas pueden expandirse por calentamiento por encima del punto de ebullición del propelente y por encima del punto de reblandecimiento de la cubierta del polímero.

El propelente puede ser un líquido volátil atrapado dentro de la cubierta del polímero. Los propelentes adecuados incluyen diversos alcanos de cadena corta e isoalcanos de cadena corta tales como, entre otros, isopentano, isobutano, n-butano, hexano, heptano, isooctano, éter de petróleo y pentano o mezclas de los mismos.

Las microesferas termoplásticas adecuadas pueden empezar a ablandarse en el intervalo de temperatura de 70-100 °C, o 85-95 °C. La expansión máxima puede ocurrir en el intervalo de temperatura de 100-150 °C, o 115-125 °C.

Las microesferas termoplásticas expandibles se pueden proporcionar en forma de una dispersión acuosa. La cantidad de microesferas expandibles en la dispersión acuosa puede estar comprendida entre 2 y 60 % en peso basado en el peso total de la dispersión acuosa, o entre 5 y 40 % en peso basado en el peso total de la dispersión, o entre 10 y 25 % en peso basado en el peso total de la dispersión.

Las microesferas expandibles se pueden combinar con uno o más filtros antes de mezclarse con los otros componentes de la composición de partículas. Una dispersión acuosa de microesferas expandibles puede ser tratada con el material de relleno de partículas. Si se requiere, el material de relleno puede ser pre-tratado con un agente de modificación adecuado.

5 Catalizador ácido

10 El catalizador ácido, como se utiliza en la presente memoria, puede ser un ácido inorgánico u orgánico fuerte o sus ésteres. Los ácidos orgánicos fuertes incluyen ácidos sulfónicos y sus ésteres incluyendo ácido bencensulfónico, ácido toluensulfónico, ácido fenolsulfónico, ácido xilensulfónico, ácido β -naftalensulfónico, ácido naftalensulfónico, ésteres de los mismos y mezclas de los mismos. Los ácidos pueden incluir, además, ácidos inorgánicos débiles y sus ésteres, ya sea solos o en mezcla. Los ácidos que se pueden emplear todavía incluyen además mezclas de dos o más de los ácidos orgánicos fuertes; mezclas de dos o más de ésteres de ácidos orgánicos fuertes; mezclas de dos o más de ácidos inorgánicos débiles; o mezclas de dos o más de los ésteres de ácidos inorgánicos débiles, así como mezclas de diferentes ácidos o sus ésteres. Los catalizadores adecuados son ésteres de fosfato y combinaciones de ácido fosfórico con ácidos orgánicos fuertes, tales como ácido para-toluensulfónico o cualquier otro ácido sulfónico o su éster. Las mezclas de cualquiera de dos o más de los ácidos y/o ésteres también se pueden utilizar.

20 Las composiciones de partículas preparadas según los procedimientos desvelados en la presente memoria comprenden una resina fenólica tipo resol reactiva que puede ser curada y puede ser consideradas como composiciones precursoras a materiales compuestos de espuma poliestireno-fenólica.

25 Por consiguiente, se proporciona un procedimiento de preparación de un material compuesto de espuma poliestireno-fenólica que comprende las etapas que consisten en:

- a) formar una mezcla de microesferas termoplásticas expandibles, resina fenólica tipo resol reactiva y partículas de poliestireno expandibles en presencia de un catalizador ácido;
- b) acondicionar la mezcla para curar parcialmente la resina fenólica tipo resol reactiva; y
- 30 c) curar adicionalmente la mezcla acondicionada con vapor para formar el material compuesto.

También se proporciona un procedimiento de preparación de un compuesto de espuma poliestireno-fenólica que comprende las etapas que consisten en:

- 35 a) formar una mezcla de microesferas termoplásticas expandibles y resina fenólica tipo resol reactiva en presencia de un catalizador ácido;
- b) combinar la mezcla formada en a) con partículas de poliestireno expandibles para formar una mezcla;
- c) acondicionar la mezcla formada en b) para curar parcialmente la resina fenólica tipo resol reactiva; y
- 40 d) curar adicionalmente la mezcla acondicionada con vapor para formar el material compuesto.

También se proporciona un procedimiento de preparación de un material compuesto de espuma poliestireno-fenólica que comprende las etapas que consisten en:

- 45 a) formar una mezcla de microesferas termoplásticas expandibles, resina fenólica tipo resol reactiva y partículas de poliestireno expandibles en presencia de un catalizador ácido;
- b) acondicionar la mezcla para proporcionar un contenido de agua de menos de 10 % en peso basado en el peso total de la mezcla y agua; y
- c) curar adicionalmente la mezcla acondicionada con vapor para formar el material compuesto.

50 También se proporciona un procedimiento de preparación de un material compuesto de espuma poliestireno-fenólica que comprende las etapas que consisten en:

- a) formar una mezcla de microesferas termoplásticas expandibles y resina fenólica tipo resol reactiva en presencia de un catalizador ácido;
- 55 b) combinar la mezcla formada en a) con partículas de poliestireno expandibles para formar una mezcla;
- c) acondicionar la mezcla formada en b) para proporcionar un contenido de agua de menos de 10 % en peso basado en el peso total de la mezcla acondicionada y agua; y
- d) curar adicionalmente la mezcla acondicionada con vapor para formar el material compuesto.

60 También se proporciona un procedimiento de preparación de un material compuesto de espuma poliestireno-fenólica que comprende las etapas que consisten en:

- a) formar una mezcla de microesferas termoplásticas expandibles y catalizador ácido;
- b) combinar la mezcla formada en a) con la resina fenólica tipo resol reactiva;
- 65 c) combinar la mezcla formada en b) con partículas de poliestireno expandibles;
- d) acondicionar la mezcla formada en c) para curar parcialmente la resina fenólica tipo resol reactiva; y

e) curar adicionalmente la mezcla acondicionada con vapor para formar el material compuesto.

También se proporciona un procedimiento de preparación de un material compuesto de espuma poliestireno-fenólica que comprende las etapas que consisten en:

- 5
- a) formar una mezcla de microesferas termoplásticas expandibles y catalizador ácido;
 - b) combinar la mezcla formada en a) con la resina fenólica tipo resol reactiva;
 - c) combinar la mezcla formada en b) con partículas de poliestireno expandibles;
 - d) acondicionar la mezcla formada en c) para proporcionar un contenido de agua de menos de 10 % en peso basado en el peso total de la mezcla acondicionada y agua; y
 - e) curar adicionalmente la mezcla acondicionada con vapor para formar el material compuesto.
- 10

Opcionalmente, uno o más materiales de relleno se pueden añadir en una cualquiera o más de las etapas a), b) o c). Opcionalmente uno o más aditivos tales como tensioactivos o carbono, opcionalmente en forma dispersa, pueden añadirse en una cualquiera o más de las etapas a), b) o c).

15

La mezcla acondicionada según cualquiera de las realizaciones mencionadas anteriormente puede tener un contenido de agua de menos de 10 % en peso basado en el peso total de la composición y agua, o un contenido de agua de menos de 7 % en peso basado en el peso total de la composición y agua, o un contenido de agua de menos de 5 % en peso basado en el peso total de la composición y agua, o un contenido de agua de menos de 3 % en peso basado en el peso total de la composición y agua.

20

En cualquiera de los procedimientos de curado desvelados en la presente memoria, después del acondicionamiento, las composiciones pueden conservarse durante un periodo de tiempo de entre 1 hora y 72 horas antes del curado, o de entre 2 horas y 48 horas, o de entre 4 horas y 48 horas. Después del acondicionamiento, las composiciones pueden ser mantenidas durante cualquiera de estos periodos de tiempo a una temperatura de no más de 30 °C o no más de 25 °C o no más de 20 °C.

25

Los materiales compuestos de espuma poliestireno-fenólica producidos a partir de los procedimientos desvelados en la presente memoria pueden caracterizarse por tener poliestireno expandido y/o las microesferas termoplásticas expandidas, al menos en parte, solubilizados en una resina fenólica curada.

30

Ventajosamente, la etapa de curado adicional puede realizarse adecuadamente en una máquina de vapor de moldeo por bloques que se utiliza normalmente en la industria de poliestireno para la fabricación de bloques de poliestireno. Esto proporciona una ventaja de costos significativa debido a los tiempos de procesamiento muy cortos requeridos. Por lo tanto, el tiempo total de ciclo por lotes puede ser reducido.

35

Además, un ahorro energético de aproximadamente el 30 % se puede realizar en comparación con la preparación de un bloque de poliestireno expandido tradicional en una máquina de vapor de moldeo por bloques.

40

El procedimiento de expansión de vapor es también ventajoso en comparación con los procedimientos de moldeo por compresión.

La etapa de curado adicional puede realizarse en una máquina de moldeo de láminas a fin de producir una o más láminas. La etapa de curado adicional puede realizarse también en una prensa de paneles con funcionamiento continuo para producir, por ejemplo, paneles o láminas de una manera continua.

45

Una o más etapas de los procedimientos desvelados en la presente memoria pueden realizarse en modos continuos o por lotes.

50

Es sorprendente que la resina fenólica, un polímero de condensación, se puede curar con vapor de agua, que intuitivamente puede ser considerada para inhibir la reacción. Sin embargo, sin desear quedar ligado a la teoría, la presente divulgación demuestra que, siempre que la resina fenólica se cure al menos parcialmente, el curado adicional con vapor de agua puede ser eficaz.

55

Los procedimientos desvelados en la presente memoria pueden utilizar poliestireno expandible, microesferas termoplásticas, resina fenólica tipo resol, materiales de relleno, materiales de relleno tratados, y otros componentes como se desvela anteriormente.

Los procedimientos pueden utilizar de 20 a 80 % en peso de las partículas de poliestireno expandibles, de 20 a 60 % en peso de resina fenólica tipo resol reactiva y de 0,5 a 5 % en peso de microesferas termoplásticas basado en el peso total de estos tres componentes, o de 35 a 65 % en peso de las partículas de poliestireno expandibles, de 25 a 50 % en peso de resina fenólica tipo resol reactiva y de 1,5 a 5 % en peso de microesferas termoplásticas basado en el peso total de estos tres componentes.

60

65

Acondicionamiento y procedimientos de curado

El acondicionamiento de la mezcla es una característica clave de los procedimientos. El acondicionamiento puede realizarse a una temperatura de entre 5 °C y 80 °C, o entre 20 °C y 8 °C, o entre 50 °C y 70 °C. El tiempo para el acondicionamiento puede ser de entre 0,25 h y 10 h, o entre 0,25 h y 5 h, o entre 0,25 h y 2 h. El acondicionamiento de este modo asciende eficazmente a "graduación B", un término utilizado comúnmente en la técnica para describir la eliminación del disolvente, en este caso agua, de una resina, produciéndose solo un curado parcial. Es importante que la mezcla después de acondicionamiento esté esencialmente seca al tacto, sin embargo, solo ha alcanzado un grado parcial de curado. Una característica importante del producto después del acondicionamiento es que es esencialmente fluido.

En el curado de la resina fenólica tipo resol, que debe ser altamente reactiva como se describe en la presente memoria, se puede unir y/o solubilizar las partículas de poliestireno y/o las micropartículas termoplásticas, así como cualesquiera otros aditivos funcionales beneficiosos presentes.

Las microesferas termoplásticas adecuadas pueden empezar a ablandarse en el intervalo de temperatura de 70-100 °C, o 85-95 °C y la expansión máxima puede ocurrir en el intervalo de 100-150 °C, o 115-125 °C. Sin embargo, en presencia de una resina fenólica tipo resol, las cubiertas se pueden plastificar y parcialmente solubilizar por lo que la expansión puede comenzar en el intervalo de 50-70 °C, o 55-60 °C.

Cuando el vapor se introduce en la mezcla, las partículas de poliestireno se ablandan y se expanden debido a un aumento en la presión de vapor por un agente de soplado. La exposición al vapor también puede ablandar la resina fenólica. Las microesferas termoplásticas también pueden expandirse fácilmente con calor cuando son plastificadas por la resina fenólica. El resultado de esto puede ser para reducir al mínimo el volumen intersticial del material compuesto y para fundir esencialmente las partículas de poliestireno y la espuma fenólica entre sí en una espuma sólida. Una ventaja de los procedimientos desvelada en la presente memoria es que los materiales compuestos resultantes se pueden producir rápida y eficientemente utilizando un equipo convencional de procesamiento de poliestireno expandido. La etapa de curado de vapor puede durar de 1 minuto a 60 minutos, o de 1 minuto a 30 minutos, o de 1 minuto a 15 minutos. De manera ventajosa, una combinación de vapor y vacío se puede utilizar con el fin de controlar la presión dentro de la unidad de curado. La temperatura del vapor puede estar en el intervalo de 105 a 110 °C.

Una característica de curado es el mecanismo por el cual la resina fenólica tipo resol altamente reactiva puede plastificarse e interactuar físicamente y/o químicamente con la cubierta termoplástica de las microesferas y/o con el poliestireno. Después del procesamiento, la resina fenólica puede solubilizarse y/o mezclarse y/o reticularse con el homopolímero/copolímero termoplástico y/o poliestireno y, como resultado, un producto de material compuesto puede formarse mediante el cual la resina fenólica modificada con microesferas y/o poliestireno se vuelve altamente resistente al fuego y la espuma fenólica así formada ya no es rígido y quebradizo pero tiene, por el contrario, una naturaleza dura y resistente.

Propiedades de los compuestos de espuma

Una característica de los materiales compuestos es la plastificación y la interacción física y/o química de la resina fenólica tipo resol curada con la cubierta termoplástica de las microesferas y/o con las partículas de poliestireno. La resina fenólica puede solubilizarse y/o mezclarse y/o reticularse con el homopolímero/copolímero termoplástico de las microesferas y/o partículas de poliestireno y, como resultado, se forma un producto compuesto. Cuando el material compuesto se expone a una fuente de calor, se mantiene ventajosamente su integridad estructural.

La solubilización y/o mezcla y/o interacción química puede explicar, al menos en parte, el bajo volumen intersticial y la baja absorción de agua de los materiales compuestos de espuma.

Cuando se produce la interacción física esto puede ser en forma de entrelazamiento polimérico que puede formar una red polimérica interpenetrante.

Los materiales compuestos de espuma preparados mediante los procedimientos desvelados en la presente memoria pueden ser semi-resistentes y no friables en comparación con otras espumas estructurales. Las densidades se pueden producir en el intervalo de 10-50 kg/m³, o 10-40 kg/m³, o 10-30 kg/m³ dependiendo de la formulación y aditivos. A pesar del contenido de microesferas y poliestireno termoplástico aparentemente inflamables, los materiales compuestos de espuma son altamente resistentes a las temperaturas y al fuego, probablemente debido a la solubilización de la cubierta de polímero de las microesferas y/o el poliestireno por la resina fenólica. La estabilidad de la llama deseable también se observa mientras que las espumas fenólicas convencionales y la resina son a menudo objeto de fragmentación/exotermia. Los materiales compuestos de espuma poseen excelentes propiedades físicas y químicas. La resina fenólica tipo resol curada no es rígida y quebradiza, pero tiene, por el contrario, una naturaleza dura y resistente.

Los materiales compuestos de espuma preparados según los procedimientos desvelados en la presente memoria pueden tener una tasa de pérdida de masa específica a 50 kW, medida según la norma ISO 17554, de menos de 8 g/m².s, o menos de 8 g/m².s, o menos de 4 g/m².s, o menos de 2 g/m².s.

5 Los materiales compuestos de espuma preparados según los procedimientos desvelados en la presente memoria pueden presentar tiempos de fallo de aislamiento, según la norma AS1530.4, para un panel de 100 mm de espesor, de más de 30 minutos, o más de 20 minutos, o más de 10 minutos. Los materiales compuestos de espuma preparados mediante los procedimientos desvelados en la presente memoria pueden poseer ventajosamente un bajo volumen intersticial. Aunque no se desea quedar ligado a teoría alguna, se cree que se produce durante la
10 solubilización de curado por vapor del poliestireno y/o fases de microesferas termoplásticas en la fase fenólica, y esto explica, al menos en parte, el bajo volumen intersticial. El volumen intersticial puede ser de 5 % o menos, o 3 % o menos, o 1 % o menos, o 0,5 % o menos, o 0,3 % o menos.

15 Los materiales compuestos de espuma preparados por los procedimientos desvelados ventajosamente pueden poseer una baja absorción de agua según la norma ASTM C272 (método de prueba estándar para la absorción de agua de los materiales del núcleo para construcciones tipo sándwich). La absorción de agua de los materiales compuestos de espuma puede ser de 8 % en volumen o menos, o 7 % en volumen o menos, o 5 % en volumen o menos, o entre 4 y 8 % en volumen, o entre 5 y 7 % en volumen.

20 También se desvela un material compuesto de espuma preparado según uno cualquiera o los procedimientos como se desvela en la presente memoria.

También se desvela un bloque compuesto que comprende el material compuesto de espuma preparado según uno cualquiera de los procedimientos que se desvelan en la presente memoria.

25 También se desvela un panel o una lámina que comprende el material compuesto de espuma preparado según uno cualquiera de los procedimientos que se desvelan en la presente memoria.

30 Los bloques, paneles y/o láminas encuentran uso ventajoso en aplicaciones que requieren aislamiento térmico y/o acústico, por ejemplo, en la construcción.

También se desvela un material de construcción que comprende los bloques, paneles y/o las láminas que se han desvelado anteriormente.

35 A lo largo de la memoria descriptiva, el uso de los términos "comprende" o "que comprende" o variaciones gramaticales de los mismos se toma para especificar la presencia de características, números enteros, etapas o componentes citados pero no excluye la presencia o adición de una o más características, números enteros, etapas, componentes o grupos de los mismos que no se mencionan específicamente.

40 En aras de la brevedad, solo ciertos intervalos se desvelan explícitamente en la presente memoria. Sin embargo, los intervalos entre cualquier límite inferior se pueden combinar con cualquier límite superior para recitar un intervalo no citado explícitamente, así como, los intervalos entre cualquier límite inferior se pueden combinar con cualquier otro límite inferior para recitar un intervalo no citado explícitamente, en la misma manera, los intervalos entre cualquier límite superior se pueden combinar con cualquier otro límite superior para recitar un intervalo no citado
45 explícitamente.

Descripción detallada

50 Ahora será conveniente describir la divulgación con referencia a las realizaciones y los ejemplos particulares. Estas realizaciones y ejemplos son solo ilustrativos y no deben interpretarse como limitantes del alcance de la divulgación. Se entenderá que las variaciones sobre la divulgación descrita como serían evidentes para el destinatario experto se encuentran dentro del alcance de la divulgación. Del mismo modo, la presente divulgación es capaz de encontrar aplicación en áreas que no se indiquen explícitamente en este documento y el hecho de que algunas aplicaciones no se describen específicamente no debe considerarse como una limitación de la aplicabilidad general de la
55 divulgación.

Microesferas termoplásticas

60 Cuando se calientan microesferas termoplásticas, la cubierta polimérica se ablanda gradualmente, y el líquido dentro de la cubierta comienza a gasificarse y a expandirse. Cuando se retira el calor, la cubierta se endurece y la microesfera permanece en su forma expandida. Cuando está completamente expandido, el volumen de las microesferas puede aumentar más de 40 veces. Las reducciones de densidad significativas pueden lograrse con incluso una pequeña concentración de, por ejemplo, 3 % de microesferas termoplásticas en peso. Un beneficio de la microesfera hueca es el potencial de reducir peso de la pieza, que es una función de la densidad. En comparación
65 con los aditivos tradicionales a base de minerales, tales como carbonato de calcio, yeso, mica, sílice y talco, las

microesferas huecas tienen densidades mucho más bajas. Las cargas pueden ser 1-5 % en peso, lo que puede equivaler a 25 % o más en volumen.

5 Las microesferas termoplásticas expandibles adecuadas para preparar las composiciones de partículas y los materiales compuestos de espuma como se desvela en la presente memoria se pueden utilizar en diversas formas. Pueden estar en forma de una suspensión dispersa en agua o pueden utilizarse en forma seca. Se prefieren dispersiones acuosas. Las microesferas adecuadas son proporcionadas por AkzoNobel con la marca comercial Expancel®.

10 Resina fenólica tipo resol reactiva

Una resina fenólica tipo resol reactiva adecuada para un curado adicional, es decir, para formar una resina parcialmente curada ("graduada B") o esencialmente curada por completo, puede ser producida por la reacción de condensación catalizada por base de un exceso molar de un aldehído, con un fenol sustituido o no sustituido. Los fenoles sustituidos preferidos son aquellos en los que el sustituyente no impide la condensación del fenol(s) con aldehído(s). Los sustituyentes adecuados incluyen halógenos o un grupo hidroxilo, alquilo o arilo. El fenol no sustituido es el más preferido. Los aldehídos adecuados son formaldehído (incluyendo oligómeros/polímeros tales como irioxano), furfural, azúcares e hidrolizados de celulosa. Un aldehído preferido es formaldehído. En una realización, la relación molar de aldehído a fenol es de 1,4 a 1,8:1, por ejemplo, aproximadamente 1,6:1. La temperatura a la que se prepara la resina fenólica tipo resol puede ser inferior a 65 °C, por ejemplo no más de 60 °C ± 2 °C, o no más de aproximadamente 60 °C. Esta temperatura inferior a 65 °C se mantiene preferentemente mientras que el catalizador básico está activo, es decir, hasta que se neutraliza el catalizador básico. Esta temperatura podrá permitir la sustitución máxima del anillo aromático de fenol con grupos metilol reactivo (-CH₂OH) y da lugar a solo un desarrollo de bajo peso molecular en el polímero. El agua puede entonces destilarse opcionalmente por separado respecto a la memoria descriptiva preferida. Debido al bajo peso molecular resultante (preferentemente menos de 1.000 Daltons), la resina fenólica tipo resol es altamente soluble en agua sin separación de fases y permanece suficientemente reactiva para reticularse en condiciones acuosas diluidas.

30 Los catalizadores de condensación alcalinos adecuados son amoníaco, hidróxido de amonio, hidróxido de sodio, hidróxido de potasio e hidróxido de bario. El hidróxido de sodio es un catalizador preferido.

La resina fenólica tipo resol se puede producir a partir de fenol con un exceso molar de formaldehído en presencia de hidróxido de sodio como catalizador de condensación.

35 Las resinas fenólicas convencionales pueden ser producidas por el aumento cuidadoso de la temperatura a alrededor de 60 ± 2 °C y el mantenimiento ahí durante un periodo de aproximadamente 1 hora, después de lo cual la temperatura aumenta a alrededor de 80 °C durante un periodo adicional de 2-4 horas. Las dos etapas son esencialmente:

- 40 1. anillo de sustitución a 60 °C por el formaldehído en el anillo aromático de fenol; y
2. polimerización por condensación a 80 °C para aumentar el peso molecular.

Por el contrario, se puede obtener la resina fenólica tipo resol reactiva como se utiliza en la presente memoria, por ejemplo, solamente por calentamiento a no más de 85 °C, por ejemplo, no más de 60 ± 2 °C o no más de aproximadamente 60 °C durante un periodo de aproximadamente 5 horas o hasta que una viscosidad intermedia de 13,5-14,5 mm²/s /13,5-14,5 centiStokes) a 25 °C se alcance por la mezcla de reacción. Esto conduce a la sustitución máxima con grupos metilol (-CH₂OH) en las posiciones orto-, meta- y para- del anillo aromático y construir solamente un bajo peso molecular. La mezcla puede entonces ser neutralizada con un ácido tal como ácido para-toluensulfónico a un pH de menos de 7, o entre 5,5-6,6, o aproximadamente 6 y la mayor parte del procedimiento y agua de reacción puede entonces destilarse por separado al vacío hacia bajo un nivel de alrededor de 2-7 %, resultando en un material altamente reactivo.

Materiales de relleno

55 La composición de partículas y/o los materiales compuestos fenólicos pueden comprender una o más materiales de relleno. Los materiales de relleno adecuados, no limitativos incluyen compuestos inorgánicos, compuestos inorgánicos particularmente de partículas.

Los materiales de relleno a modo de ejemplos incluyen metal elemental seleccionado entre el grupo que consiste en metales de los grupos I, II, III y IV, metales de transición o similares de la tabla periódica, óxidos u óxidos complejos de estos metales, sales de estos metales, tales como fluoruros, carbonatos, sulfatos, silicatos, hidróxidos, cloruros, sulfitos y fosfatos de estos metales, y materiales compuestos de estas sales de metales. Óxidos metálicos preferentemente utilizados son tales como sílice amorfa, cuarzo, alúmina, titanía, circonía, óxido de bario, óxido de itrio, óxido de lantano y óxido de iterbio, óxidos complejos a base de sílice tales como sílice-circonía, sílice-titanía, sílice-titanía-óxido de bario y sílice-titanía-circonía, vidrio tal como vidrio de borosilicato, fibras de vidrio, vidrio de aluminosilicato, o vidrio de fluoroaluminosilicato, fluoruros metálicos tales como fluoruro de bario, fluoruro de

estroncio, fluoruro de itrio, fluoruro de lantano, y fluoruro de iterbio; carbonatos inorgánicos tales como carbonato de calcio, carbonato de magnesio, carbonato de estroncio y carbonato de bario; y sulfatos metálicos tales como sulfato de magnesio y sulfato de bario. Otros materiales de relleno adecuados incluyen sílice en partículas, talco, caolín, arcilla, nanocompuestos y nanopartículas. Otros compuestos inorgánicos tales como ácido bórico se pueden utilizar como material de relleno.

El material relleno puede estar presente en cantidades de 0,5-60 % en peso, o 1-20 % en peso o 2-15 % en peso, basado en el peso total de la composición en partículas o material compuesto.

El material de relleno puede tener un tamaño de partículas comprendido entre 0,1 mm y 5 mm, o entre 0,5 mm y 2 mm. Un material de relleno en partículas preferido es ácido bórico granular. Los ácidos bóricos granulares de tamaño de partículas de aproximadamente 1 mm pueden ser adecuados.

Materiales de relleno modificados

A menudo resulta ventajoso tratar materiales de relleno con un agente de modificación con el fin de modificar las propiedades superficiales del material de relleno. Por ejemplo, los materiales de relleno pueden ser modificados con agentes con el fin de cambiar las propiedades de solubilidad de los materiales de relleno. Los agentes de modificación adecuados son bien conocidos en la técnica. Una clase de agentes de modificación son silanos. Una clase de silanos son haloalquilsilanos, cuyos ejemplos son 3-cloropropiltrimetoxisilano, 3-cloropropiltriethoxisilano, 3-cloropropiltripropoxisilano, cloropropilmetildimetoxisilano, cloropropilmetildietoxisilano, cloropropildimetilettoxosilano, cloropropildimetilmetoxisilano, cloroetiltrimetoxisilano, cloroetiltriethoxi-silano, cloroetilmetildimetoxisilano, cloroetilmetildietoxisilano, cloroetilmetilmetoxisilano, cloroetilmetilettoxosilano, cloroetilmetildietoxisilano, cloroetilmetildimetoxisilano, cloroetilmetildietoxisilano, cloroetilmetildietoxisilano, cloroetilmetildimetoxisilano o cloroetilmetilettoxosilano.

El ácido bórico granular puede tratarse con uno o más de los silanos anteriores a fin de reducir la solubilidad del ácido bórico en agua.

Materiales y procedimientos

En una realización a modo de ejemplo, se puede preparar una premezcla de los siguientes componentes como se describe en la presente memoria. Después de combinar los componentes, la precombinación se puede almacenar para uso futuro. La gravedad específica de la mezcla puede estar en el intervalo 1,4 a 1,7. Se puede utilizar agitación lenta continua durante el procedimiento de fabricación.

Precombinación	% en p/p
Microesferas termoplásticas expandibles	9,3 %
Ácido bórico	56,0 %
Dispersión de carbono	15,6 %
Tensioactivo	0,4 %
Catalizador ácido	18,7 %

La precombinación se puede combinar con fenólica tipo resol reactiva para formar una matriz líquida reactiva en las proporciones a modo de ejemplo mostradas a continuación. Esta matriz líquida puede tener una vida útil de entre 4 y 10 minutos a aproximadamente 20 °C después de lo cual se puede producir una reticulación exotérmica. La tasa de reticulación depende de la temperatura.

Matriz líquida	% p/p
Fenólica tipo resol reactiva	76 %
Precombinación	24 %

La matriz líquida puede ser utilizada para recubrir partículas de poliestireno parcialmente expandido en las proporciones a modo de ejemplo (e intervalos a modo de ejemplo) que se muestran a continuación.

Material compuesto de espuma	% p/p
Poliestireno parcialmente expandido	45 % (25 % a 65 %)
Matriz líquida	55 % (35 % a 70 %)

Revestimiento

El revestimiento puede realizarse en un mezclador de lotes tal como un mezclador de tipo cinta. Los componentes también se pueden combinar en un procedimiento continuo mediante la preparación de la matriz líquida inmediatamente antes de recubrir las partículas de poliestireno parcialmente expandido.

Una corriente de partículas de poliestireno parcialmente expandido puede ser introducida en, por ejemplo, un tambor giratorio debajo de corrientes de suministro de la matriz líquida tal que la matriz líquida sea rociada sobre la

superficie de las partículas de poliestireno parcialmente expandido en movimiento. La rotación del tambor puede facilitar la distribución uniforme de la matriz de manera uniforme sobre las superficies de las partículas de poliestireno parcialmente expandido.

- 5 La ausencia de cualquier forma de hiladas o impulsores de mezcla en el tambor giratorio puede eliminar ventajosamente la matriz que entra en contacto con otras superficies, y la adhesión potencial a partes de la mezcladora.

Acondicionamiento (graduación B) para formar la composición de partículas

- 10 El acondicionamiento se puede realizar convenientemente, por ejemplo, en un tambor giratorio. El aire calentado a entre, por ejemplo, 45 °C y 60 °C puede ser pasado a través del tambor y el material de revestimiento puede perder progresivamente agua libre y pueden iniciar la reticulación y el desarrollo de unión entre el poliestireno parcialmente expandido y la matriz.

- 15 Durante el procedimiento de acondicionamiento, la característica del producto puede cambiar a partir de un fluido de alta viscosidad de flujo libre en húmedo a un plástico pegajoso, y finalmente a grupos discretos de mezcla ligeramente adhesiva.

- 20 El producto recubierto que sale del tambor puede caer sobre una cinta o bandeja transportadora de malla. La cinta puede estar completamente encerrada en una cámara con calefacción con medios adecuados para pasar aire calentado a entre, por ejemplo, 45 °C y 60 °C sobre el producto recubierto. El tamaño y la velocidad de la cinta o la bandeja pueden ser tales que el producto recubierto permanece como una capa gruesa de 100 mm intacta durante aproximadamente 45 minutos de duración.

- 25 La descarga de la cinta en un alimentador vibrante o combinación del granulador y malla acabadora puede ser necesaria para descomponer el material de agregado en granos recubiertos discretos listos para el transporte en el almacenamiento antes de la formación del material compuesto.

- 30 Formación del material compuesto

- El equipo de moldeo en bloque de poliestireno expandido asistido por un vacío de estilo en forma de concha puede ser adecuado para el procesamiento del producto recubierto en bloques. El producto recubierto se dejó llegar al equilibrio en un espacio de almacenamiento totalmente ventilado en el que la temperatura no excede preferentemente de 20 °C durante entre 4 horas y 48 horas de revestimiento. El transporte aéreo se puede utilizar para transportar el material a pistolas de relleno de la máquina de molde por bloques convencional a través de una estación de eliminación de polvo para eliminar cualquier fino generado durante los procedimientos de manipulación de los productos recubiertos.

- 40 Un bloque de poliestireno expandible convencional que prepara un ciclo se puede emplear con una presión de vapor máxima que es por ejemplo de aproximadamente 2 bar y la utilización de vapor cruzado suave con la ayuda de vacío. El pulido de las superficies del molde se puede utilizar a fin de minimizar la adhesión mecánica de la matriz a la superficie del molde facilitando de esta manera la eyección limpia del bloque acabado.

- 45 Prueba de resistencia al fuego

La resistencia al fuego se puede ensayar en términos de integridad y aislamiento.

Integridad

- 50 La integridad se puede definir como la capacidad de un elemento de construcción para resistir el paso de las llamas y gases calientes de un espacio a otro cuando se prueba según la norma AS1530.4. El fracaso para los criterios de integridad se considera que ocurre cuando se produce una ignición continua en el lado no expuesto del espécimen de la prueba, o cuando están presentes grietas, fisuras y otras aperturas a través de las cuales las llamas y los gases calientes pueden pasar a través.

Aislamiento

- 60 El aislamiento se puede definir como la capacidad de un elemento de construcción para mantener una temperatura en la superficie que no está expuesta a una fuente de calor, por debajo de los límites especificados, cuando se prueba según la norma australiana AS1530.4 (prueba de resistencia al fuego en materiales de construcción). El fracaso para criterios de aislamiento se considera que ha ocurrido cuando el aumento de temperatura del lado no expuesto exceda umbrales predeterminados.

- 65 Los paneles fabricados a partir de materiales compuestos preparados según la presente divulgación alcanzan 30 minutos de aislamiento para paneles gruesos de 100 mm cuando se prueba según la norma AS1530.4.

Ejemplos

El ejemplo siguiente utiliza los componentes como se exponen en la Tabla 1. Los pesos de las microesferas termoplásticas y la dispersión de carbono incluyen agua presente en los materiales.

5 Ejemplo 1

Tabla 1	
Material	% p/p
Poliestireno expandido (Lambdapor 753p)	69,7
Resina fenólica tipo resol	23,2
Microesferas termoplásticas (Expancel® 820 SLU40)	1,74
Ácido bórico tratado	3,48
Dispersión acuosa de carbono	0,46
Catalizador (ácido p-toluensulfónico)	1,39

10 Preparación de la composición de microesferas

El ácido bórico en partículas se trató con 3-cloropropiltrimetilxilano seguido de calentamiento de la mezcla a 70 °C durante 30 minutos.

15 Una composición de microesferas que comprende microesferas termoplásticas expandibles, ácido bórico recubierto, de dispersión de carbono y catalizador se preparó mezclando los componentes en un mezclador de reja de arado durante 5 minutos. A continuación, la combinación resultante se tamizó a través de un embudo asistido por vacío Buchner equipado con una malla cuadrada con una apertura de 1 mm.

20 Preparación de la composición en partículas

El poliestireno se expandió a una densidad de 18 kg/m³ y retuvo en un silo para 11 h. El poliestireno parcialmente expandido se suministró a una cabeza de mezcla a una velocidad de 68 litros/min. La resina fenólica tipo resol se bombeó a la cabeza de mezcla a una velocidad de 0,68 kg/min. La composición de microesferas se bombeó a la cabeza de mezcla a una velocidad de 0,208 kg/min.

25 Una boquilla de múltiples corrientes suministró una cortina de resina fenólica y la composición de microesferas sobre las partículas de poliestireno en movimiento en un mezclador a una temperatura entre 15 °C y 30 °C.

30 Después de aproximadamente 3 minutos, la mezcla resultante se suministró en un segundo tambor giratorio con una cortina de aire caliente que sopla sobre la mezcla. Se mantuvo la temperatura del aire entre 50 °C y 75 °C con un tiempo de tránsito de 10 minutos.

35 La descarga se transfirió a un lecho fluido y se mantuvo a 35 °C durante hasta 45 minutos. Este material se suministró a través del transporte de aire a un silo de tela, en el que se mantuvo durante 24 horas.

Preparación de poliestireno/material compuesto fenólico

40 El material se retiró entonces del silo por succión y soplado en un silo de la máquina de molde por bloques y se drenó hacia abajo para llenar un molde de bloque. Una vez que se llena el molde, un ciclo de vapor se inició lo que produjo el material compuesto completado en 10 minutos.

Ejemplo 2

45 Preparación de la composición de microesferas

El ácido bórico de partículas se trató con 3-cloropropiltrimetoxisilano seguido de calentamiento de la mezcla a 70 °C durante 30 minutos.

50 Una composición de microesferas que comprende microesferas termoplásticas expandibles, ácido bórico recubierto, y dispersión de carbono se preparó mezclando los componentes en un mezclador de reja de arado durante 5 minutos. A continuación, la combinación resultante se tamizó a través de un embudo Buchner asistida por vacío equipado con una malla cuadrada con una apertura de 1 mm.

55 Preparación de la composición en partículas

El poliestireno se expandió a una densidad de 18 kg/m³ y retuvo en un silo durante 11 h. El poliestireno parcialmente expandido se suministró a una cabeza de mezcla a una velocidad de 68 litros/min. La resina fenólica tipo resol se

ES 2 702 107 T3

bombeó a la cabeza de mezcla a una velocidad de 0,68 kg/min. La composición de microesferas se bombeó a la cabeza de mezcla a una velocidad de 0,167 kg/min.

5 Una boquilla de múltiples corrientes suministró una cortina de resina fenólica y la composición de microesferas sobre las partículas de poliestireno en movimiento en un mezclador a una temperatura entre 15 °C y 30 °C. El catalizador se añadió a la mezcla en la descarga del mezclador a una velocidad de 0,0488 kg/min.

10 Después de aproximadamente 3 minutos, la mezcla resultante se suministró en un segundo tambor giratorio con una cortina de aire caliente que sopla sobre la mezcla. Se mantuvo la temperatura del aire entre 50 °C y 75 °C con un tiempo de tránsito de 10 minutos.

La descarga se transfirió a un lecho fluido y se mantuvo a 35 °C durante hasta 45 minutos. Este material se suministró a través de transporte de aire a un silo de tela, en el que se mantuvo durante 24 horas.

15 Preparación de poliestireno/material compuesto fenólico

20 El material se retiró entonces del silo por succión y soplado a un silo de la máquina de molde por bloques y se drenó hacia abajo para llenar un molde de bloque. Una vez que se llena el molde, un ciclo de vapor se inició lo que produjo el compuesto completado en 10 minutos.

En un experimento alternativo se utilizó el material del silo para llenar moldes con múltiples láminas y los moldes fueron tratados con vapor posteriormente durante 10 minutos para producir láminas completadas.

25 Ejemplo 3

Preparación de la composición de microesferas

30 El ácido bórico de partículas se trató con 3-cloropropiltrimetoxisilano seguido de calentamiento de la mezcla a 70 °C durante 30 minutos. El material se tamizó y la fracción se retuvo en una malla BS n.º 10 desechada.

Una composición de microesferas que comprende microesferas termoplásticas expandibles, dispersión de carbono y catalizador se preparó mezclando los componentes en un mezclador de reja de arado durante 5 minutos.

35 Preparación de la composición en partículas

40 El poliestireno se expandió a una densidad de 18 kg/m³ y retuvo en un silo durante 11 h. El poliestireno parcialmente expandido se suministró a una cabeza de mezcla a una velocidad de 68 litros/min. La resina fenólica tipo resol se bombeó a la cabeza de mezcla a una velocidad de 0,68 kg/min. La composición de microesferas se bombeó a la cabeza de mezcla a una velocidad de 0,105 kg/min. El ácido bórico tratado se suministró a la cabeza de mezcla a una velocidad de 0,102 kg/min.

Una boquilla de múltiples corrientes suministró una cortina de resina fenólica y la composición de microesferas sobre las partículas de poliestireno en movimiento en un mezclador a una temperatura entre 15 °C y 30 °C.

45 Después de aproximadamente 3 minutos, la mezcla resultante se suministró en un segundo tambor giratorio con una cortina de aire caliente que sopla sobre la mezcla. Se mantuvo la temperatura del aire entre 50 °C y 75 °C con un tiempo de tránsito de 10 minutos.

50 La descarga se transfirió a un lecho fluido y se mantuvo a 35 °C durante hasta 45 minutos. Este material se suministró a través de transporte de aire a un silo de tela, en el que se mantuvo durante 24 horas.

Preparación de poliestireno/material compuesto fenólico

55 El material se retiró entonces del silo por succión y soplado en un silo de la máquina de molde por bloques y se drenó hacia abajo para llenar un molde de bloque. Una vez que se llena el molde, un ciclo de vapor se inició lo que produjo el compuesto completado en 10 minutos.

En un experimento alternativo se utilizó el material del silo para llenar moldes con múltiples láminas y los moldes se trataron con vapor posteriormente durante 10 minutos para producir láminas completadas.

60 Ejemplo 4

Preparación de la composición de microesferas

65 El ácido bórico de partículas se trató con 3-cloropropiltrimetoxisilano seguido de calentamiento de la mezcla a 70 °C durante 30 minutos. El material se tamizó y la fracción se retuvo en una malla BS n.º 10 desechada.

ES 2 702 107 T3

Una composición de microesferas que comprende microesferas termoplásticas expandibles, dispersión de carbono y catalizador se preparó mezclando los componentes en un mezclador de reja de arado durante 5 minutos.

Preparación de la composición en partículas

5 El poliestireno se expandió a una densidad de 18 kg/m³ y retuvo en un silo durante 11 h. El poliestireno parcialmente expandido se suministró a una cabeza de mezcla a una velocidad de 68 litros/min. La resina fenólica tipo resol se bombeó a la cabeza de mezcla a una velocidad de 0,68 kg/min. La composición de microesferas se bombeó a la cabeza de mezcla a una velocidad de 0,105 kg/min. El ácido bórico tratado se suministró a la cabeza de mezcla a una velocidad de 0,102 kg/min.

Una boquilla de múltiples corrientes suministró una cortina de resina fenólica y la composición de microesferas sobre las partículas de poliestireno en movimiento en un mezclador a una temperatura entre 15 °C y 30 °C.

15 Después de aproximadamente 3 minutos, la mezcla resultante se suministró en un segundo tambor giratorio con una cortina de aire caliente que sopla sobre la mezcla. Se mantuvo la temperatura del aire entre 50 °C y 75 °C con un tiempo de tránsito de 10 minutos.

20 La descarga se transfirió a un lecho fluido y se mantuvo a 35 °C durante hasta 45 minutos. Este material se suministró a través de transporte de aire a un silo de tela, en el que se mantuvo durante 24 horas.

Preparación de poliestireno/material compuesto fenólico

25 El material fue entonces retirado del silo por succión y soplado en una prensa de panel de cinta en movimiento continuo tipo tractor con o sin el uso de láminas de acero revestidas en dos caras. El material en la prensa se trató con vapor a medida que avanzaba a través de la prensa para formar hojas completadas o panel aislado completado con acero, aluminio u otros revestimientos de materiales. La prensa con un funcionamiento continuo se movía entre 1 y 15 metros/min.

30 La Tabla 2 indica las formulaciones de otros materiales compuestos preparados de una manera similar al Ejemplo 1 anterior.

Análisis n.º	1	2	3	4	5	6	7
Poliestireno expandido % (p/p)	38,7	52,5	64,8	58,4	52,3	53,5	52,6
Resina fenólica % (p/p)	47,0	36,4	27,0	31,9	35,8	36,6	36,0
Microesferas termoplásticas % (p/p)	3,5	2,7	2,0	2,4	3,6	1,5	2,7
Ácido bórico tratado % (p/p)	7,0	5,5	4,0	4,8	5,4	5,5	5,4
Dispersión de carbono % (p/p)	0,9	0,7	0,5	0,6	0,7	0,7	0,7
Catalizador % (p/p)	2,8	2,2	1,6	1,9	2,2	2,2	2,2

35 Se descubrió que todos los compuestos tenían excelentes propiedades físicas (bajo volumen intersticial y baja absorción de agua) demostrando ventaja sobre un amplio intervalo de cantidades relativas de los componentes. Las propiedades mecánicas de los materiales compuestos fueron equivalentes a poliestireno expandido.

Pruebas de resistencia al fuego

40 Los especímenes de prueba consistían en paneles de pared aislados que comprenden materiales compuestos de espuma como se ha preparado por los procedimientos desvelados en la presente memoria. Los paneles tuvieron una altura de 3,0 m, una anchura de 1,2 m o 0,6 m y un espesor de 50 mm, 100 mm y 250 mm. Un ensayo comparativo se realizó con un espesor de panel de poliestireno expandido de 125 mm. Las pruebas se realizaron según la norma AS 1530.4 "métodos de ensayos de fuego en materiales de construcción, componentes y estructuras, Parte 4: *Fire resistance tests of elements of construction, sección 3 Walls - Vertical Separating Elements*". Los resultados se recogen en la Tabla 3.

Material y espesor	Tiempo de fallo de aislamiento (minutos)
Material compuesto de la invención de 50 mm	15
Material compuesto de la invención de 100 mm	31
Material compuesto de la invención de 250 mm	115
Poliestireno comparativo de 125 mm	6

50 Se desprende de los resultados que los materiales compuestos preparados por los procedimientos desvelados en la presente memoria superan significativamente el poliestireno expandido en la resistencia al fuego.

5 También se realizaron las pruebas siguiendo la norma ISO 17554. Esto es un método a pequeña escala para la evaluación de la tasa de pérdida de masa de especímenes esencialmente planos expuestos en la orientación horizontal a niveles controlados de calefacción radiante con un encendedor externo bajo condiciones bien ventiladas. La tasa de pérdida de masa se determina por medición de la masa del espécimen y se deriva numéricamente. La tasa de pérdida de masa se puede utilizar como una medida indirecta de la velocidad de liberación de calor.

10 En las condiciones de la prueba, el poliestireno expandido tenía una tasa de pérdida de masa promedia específica a 50 kW, sobre más de tres pruebas, de 9,81 g/m².s. mientras que los materiales compuestos preparados por los procedimientos desvelados en la presente memoria tenían una tasa de pérdida de masa promedia específica a 50 KW, sobre más de tres pruebas, de 1,27 g/m².s. En consecuencia, se observó una combustión significativamente más lenta con los materiales compuestos de la invención.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento de preparación de un material compuesto de espuma poliestireno-fenólica que comprende las etapas que consisten en:
- 5 a) formar una mezcla de microesferas termoplásticas expandibles, resina fenólica tipo resol reactiva, y partículas de poliestireno expandibles, en presencia de un catalizador ácido, en el que las microesferas termoplásticas contienen un propelente encapsulado dentro de una cubierta de un polímero termoplástico, y en el que las partículas de poliestireno expandibles contienen al menos un agente de soplado; y
- 10 b) acondicionar la mezcla para curar parcialmente la resina fenólica tipo resol reactiva; y
c) curar adicionalmente la mezcla acondicionada con vapor para formar el material compuesto.
2. Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que la etapa a) comprende i) formar una mezcla de microesferas termoplásticas expandibles y resina fenólica tipo resol reactiva en presencia de un catalizador ácido; y ii) combinar la mezcla formada en i) con partículas de poliestireno expandibles, en el que preferentemente después de formar la mezcla en i) dicha mezcla se combina con partículas de poliestireno expandibles en un plazo de 30 minutos cuando dicha mezcla está a una temperatura de 20 °C.
- 15 3. Un procedimiento según la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en el que el acondicionamiento se realiza a una temperatura de entre 50 °C y 75 °C y/o en el que el acondicionamiento se realiza durante entre 0,25 y 10 h.
- 20 4. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que la mezcla acondicionada tiene un contenido de agua inferior a 10 % en peso basado en el peso total de la mezcla acondicionada y agua.
- 25 5. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que las partículas de poliestireno expandibles están parcialmente expandidas.
6. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que la densidad de las partículas de poliestireno expandibles está comprendida entre 5 kg/m³ y 20 kg/m³.
- 30 7. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, que comprende además la etapa que consiste en añadir uno o más materiales de relleno.
8. Un procedimiento según la reivindicación 7, en el que los materiales de relleno se añaden en una cantidad de 0,5-60 % en peso basado en el peso total de la composición o en el que los materiales de relleno son un material de relleno tratado superficialmente.
- 35 9. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en el que la resina fenólica tipo resol reactiva tiene una o más de las siguientes propiedades:
- 40 (a) una viscosidad comprendida entre 0,5 y 4 Pa.s (500 y 4.000 cP);
(b) un contenido de agua comprendido entre 2 y 7 % en peso;
(c) un contenido de fenol libre inferior a 25 %; o
(d) un contenido de formaldehído libre inferior a 3 %.
- 45 10. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en el que las microesferas termoplásticas expandibles tienen un tamaño de partícula promedio de entre 1 y 50 µm (micrómetros); y en el que, preferentemente, la cubierta de polímero termoplástico se deriva de monómeros seleccionados entre el grupo que consiste en acrilonitrilo, metacrilonitrilo, α-cloroacrilonitrilo, α-etoxiacrilonitrilo, fumaroacrilonitrilo, crotoacrilonitrilo, ésteres acrílicos, ésteres metacrílicos, cloruro de vinilo, cloruro de vinilideno, dicloruro de vinilideno, vinilpiridina, ésteres vinílicos, y derivados o mezclas de los mismos.
- 50 11. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en el que el catalizador ácido se selecciona entre un ácido orgánico fuerte, un éster de un ácido orgánico fuerte, un ácido inorgánico débil, un éster de un ácido inorgánico débil o mezclas de los mismos.
- 55 12. Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que la mezcla acondicionada se mantiene entre 4 y 48 horas antes del curado adicional y/o en el que el curado adicional dura entre 1 minuto y 60 minutos.
- 60 13. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, en el que el curado adicional se realiza en una máquina de vapor de moldeo por bloques, una máquina de moldeo de láminas o una prensa de paneles con funcionamiento continuo.