(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 725 309**

(51) Int. Cl.:

C09K 21/14 (2006.01)
C09D 5/18 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **11.10.2012** **PCT/US2012/059735**

(87) Fecha y número de publicación internacional: **18.04.2013** **WO13055909**

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **11.10.2012** **E 12840615 (4)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **20.03.2019** **EP 2766451**

(54) Título: **Sistemas y métodos ignífugos intumescentes**

(30) Prioridad:

11.10.2011 US 201113270734

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
23.09.2019

(73) Titular/es:

UNITED STATES MINERAL PRODUCTS COMPANY (100.0%)
41 Furnace Street
Stanhope, NJ 07874, US

(72) Inventor/es:

KREH, ROBERT PAUL

(74) Agente/Representante:

ARIAS SANZ, Juan

ES 2 725 309 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

Sistemas y métodos ignífugos intumescentes

Antecedentes

1. Campo técnico

La presente divulgación se refiere en general a la ignifugación y, más particularmente, a sistemas y métodos ignífugos intumescentes que generan y liberan niveles reducidos de compuestos orgánicos volátiles (COV) y presentan características de rendimiento mejoradas.

2. Técnica anterior

La ignifugación se usa en una variedad de configuraciones de construcción para proporcionar retardo del fuego y protección térmica en el caso de un incendio. Aunque se han usado una variedad de técnicas para aplicar materiales ignífugos, resistentes al fuego y/o retardantes del fuego en el transcurso de una construcción, un método común consiste en pulverizar o aplicar de otro modo un material ignífugo sobre superficies combustibles o sensibles al calor, por ejemplo, madera, aislamiento de espuma, acero estructural, suelos o paredes, para proteger tales superficies del fuego y el calor. Con frecuencia es necesario aplicar múltiples capas de material ignífugo para lograr los niveles deseados de retardo del fuego y/o para cumplir con los códigos de construcción aplicables.

Se conoce bien en la industria que los materiales ignífugos intumescentes son útiles y eficaces en la protección de superficies combustibles o sensibles al calor. Específicamente, una característica significativa de los materiales intumescentes es que se hinchan o se expanden para dar un material carbonizado de espuma grueso como resultado de la exposición al calor, dando como resultado un volumen aumentado y una densidad disminuida. El material carbonizado de espuma grueso es un mal conductor del calor y por tanto posee propiedades aislantes del calor y retardantes del fuego. La reacción activada por calor que produce la expansión del material carbonizado de espuma grueso normalmente también genera gases inertes, por ejemplo, nitrógeno, dióxido de carbono, etc., que quedan atrapados en la espuma y, por tanto, impiden o inhiben el acceso del aire a una superficie combustible. Debido a que el recubrimiento intumescente original se expande sustancialmente a muchas veces su grosor original, el material carbonizado de espuma grueso contribuye a un aislamiento significativo para la superficie combustible o sensible al calor y puede servir como agente ignífugo eficaz.

Se muestran composiciones intumescentes típicas en “http://perstorp.com/upload/charmor_eng_2011.pdf” y “http://www.arkema-inc.com/literature/pdf/864.pdf”. Las composiciones intumescentes generalmente contienen una serie de componentes básicos (y potencialmente componentes adicionales) tal como se describe en el presente documento. Generalmente se incluye y se emplea una resina para mantener el recubrimiento junto. Generalmente se incluye un agente coalescente para ayudar en la formación de película de la resina. Se incluye un fosfato, tal como polifosfato de amonio (APP) o pirofosfato de melamina, y se emplea para proporcionar (i) gases de expansión, (ii) ácidos de fósforo para descomponer compuestos químicos que contienen carbono, y (iii) una estructura que contiene fósforo resultante en el material carbonizado. Se incluyen azúcares, tales como pentaeritritol o dipentaeritritol, y se usan como compuestos químicos que contienen carbono que proporcionan estructura a la espuma intumescente. Generalmente se incluye un compuesto químico, tal como melamina, y se usa para generar gas durante un incendio, proporcionando la expansión del material carbonizado. Generalmente se incluyen sólidos inorgánicos, tales como titania, y se usan para la estabilización del material carbonizado. Se sabe que una razón a modo de ejemplo para APP/pentaeritritol/melamina/titania de aproximadamente 3:1:1:1 proporciona una composición intumescente eficaz.

Sin embargo, hay oportunidades para la mejora con respecto a los materiales ignífugos intumescentes que se utilizan actualmente en la industria. Por ejemplo, materiales ignífugos intumescentes utilizados actualmente en la industria incluyen constituyentes que liberan compuestos orgánicos volátiles (“COV”) durante y/o tras la aplicación, y/o cuando se exponen a condiciones de calor/fuego. Los COV son compuestos químicos orgánicos, a menudo tóxicos y odoríferos, que tienen puntos de ebullición que dan como resultado la vaporización/liberación significativas del estado líquido o sólido. Como resultado, pueden liberarse cantidades indeseablemente grandes de COV a partir de los materiales ignífugos convencionales. Tal como se conoce bien, se ha encontrado que algunos COV producen efectos perjudiciales para la salud a largo plazo para los seres humanos y son perjudiciales para el medio ambiente. Por tanto, sería deseable reducir y/o eliminar el potencial de liberación de COV cuando se desarrollan formulaciones ignífugas intumescentes.

Sin embargo, la eliminación potencial de los constituyentes que liberan COV de formulaciones ignífugas intumescentes plantea multitud de problemas relacionados. En particular, el rendimiento total y la viabilidad comercial de las composiciones ignífugas intumescentes requieren materiales que produzcan simultáneamente rendimiento térmico y características de aplicación aceptables. De hecho, en ausencia de rendimiento térmico aceptable, una formulación ignífuga intumescente propuesta no es digna de consideración.

En lo que se refiere a las características de aplicación, una métrica por la que se miden las composiciones ignífugas intumescentes es la “capacidad de fijación”, es decir, el grado en que la composición ignífuga intumescente

permanece en una ubicación de aplicación deseada sin goteo, deslizamiento, corrimiento o migración indebidos. Si una composición ignífuga intumescente presenta capacidad de fijación deficiente, el uso de un material de este tipo puede requerir la aplicación de capas “más finas” para mitigar las limitaciones inherentes de la capacidad de fijación de la composición. Específicamente, “corrimiento” se refiere a situaciones en las que el recubrimiento ignífugo intumescente desciende dentro de un área de recubrimiento deseada, mientras que “deslizamiento” se refiere a situaciones en las que el recubrimiento ignífugo intumescente se mueve en sentido descendente por debajo de un área de recubrimiento deseada. Entre las implicaciones de una composición ignífuga intumescente que presenta características de capacidad de fijación deficientes está la acumulación del grosor fino, no uniforme del recubrimiento ignífugo intumescente, que menoscaba el aspecto de superficie del recubrimiento, y crea potencialmente protección contra incendios insuficiente y desigual para la superficie recubierta combustible o sensible al calor.

Además y tal como conocen bien los expertos en la técnica, los aspectos económicos de las operaciones ignífugas intumescentes están fuertemente influidos por el grosor que puede aplicarse en una sola capa y por el grado en que puede contarse que el material ignífugo intumescente permanecerá en una ubicación deseada, es decir, sin goteo, deslizamiento, corrimiento o en cualquier caso migración hasta un grado inaceptable. Una capacidad de fijación deficiente tiene un claro efecto negativo sobre los aspectos económicos observados porque deben emplearse capas individuales más finas, requiriéndose más capas totales para lograr el rendimiento ignífugo requerido con una inversión concomitante de tiempo y gastos. Todavía adicionalmente, el grosor ignífugo desigual puede dar como resultado fallo térmico, socavando de ese modo el fin fundamental de la composición intumescente. Además, el grosor ignífugo desigual da como resultado un aspecto visual inaceptable, socavando adicionalmente los atributos beneficiosos asociados con los productos intumescentes de alta calidad. De hecho, un atributo importante de las composiciones intumescentes viables comercialmente es que ofrece de un aspecto visual sustancialmente uniforme cuando se aplica a un sustrato.

Un problema adicional encontrado en la formulación y el uso de materiales ignífugos intumescentes es la característica de un olor fuerte y generalmente desagradable asociado con los productos intumescentes convencionales. La eliminación y/o el enmascaramiento de tales olores serían beneficiosos para el campo de la ignifugación.

Por tanto, existe una necesidad de composiciones ignífugas intumescentes que disminuyan y/o eliminen sustancialmente el potencial para la liberación de COV, a la vez que presenten simultáneamente propiedades ignífugas necesarias, incluyendo rendimiento térmico superior, propiedades de capacidad de fijación deseables, y un aspecto visual sustancialmente uniforme. Además se desea proporcionar una composición ignífuga intumescente que disminuya y/o elimine el olor desagradable asociado con los materiales ignífugos intumescentes convencionales. La presente divulgación aborda estas y otras necesidades.

Sumario

Un objeto de la presente divulgación es proporcionar formulaciones ignífugas intumescentes que disminuyan y/o eliminen sustancialmente el potencial para la liberación de COV, a la vez que ofrezcan simultáneamente rendimiento ignífugo excelente, por ejemplo, rendimiento térmico superior, capacidad de fijación y aspecto visual uniforme. Un objeto adicional de la presente divulgación es proporcionar formulaciones ignífugas intumescentes que disminuyan y/o eliminen el olor desagradable (por ejemplo, olores a agente coalescente orgánico volátil, amoniaco y/o resina) asociado con las composiciones ignífugas intumescentes convencionales.

Según las realizaciones de la presente divulgación, se dan a conocer formulaciones ignífugas intumescentes a base de agua ventajosas que satisfacen los objetivos indicados anteriormente. En particular, las composiciones ignífugas intumescentes dadas a conocer presentan ventajosamente propiedades ignífugas, a la vez que reducen y/o eliminan significativamente de manera simultánea el potencial para la liberación de COV y presentan capacidad de fijación y propiedades de aspecto visual excelentes. De hecho, las composiciones ignífugas intumescentes dadas a conocer logran sinérgicamente multitud de resultados ventajosos, tal como se describe en mayor detalle a continuación.

El contenido de la presente invención se define en las reivindicaciones 1-10 adjuntas. Las realizaciones descritas en el presente documento que no están cubiertas por las reivindicaciones sirven simplemente para ilustrar el contexto técnico de la presente invención.

Según realizaciones a modo de ejemplo de la presente divulgación, se dan a conocer formulaciones ignífugas intumescentes que incluyen, entre otros, un agente coalescente que reduce y/o elimina significativamente el potencial para la liberación de COV. Las formulaciones a modo de ejemplo según la presente divulgación también incluyen, entre otros, constituyentes de fibra, por ejemplo, fibras de vidrio mayores de 0,2 mm de longitud, contribuyendo tales constituyentes de fibra a la capacidad de fijación mejorada y permitiendo de ese modo aplicaciones que son más gruesas y/o más resistentes al goteo, deslizamiento, corrimiento y/o migración. Las implementaciones intumescentes a modo de ejemplo de la presente divulgación incluyen fibras que tienen de 0,2 a 3 mm de longitud. La capacidad de fijación mejorada de las formulaciones dadas a conocer permite que se aplique más material ignífugo intumescente a la vez, dando como resultado una reducción del coste para un aplicador, a la vez que se logran simultáneamente propiedades ignífugas deseadas.

En realizaciones a modo de ejemplo de la presente divulgación, la formulación intumescente incluye un agente coalescente que tiene baja volatilidad. Para los fines de las formulaciones intumescentes dadas a conocer, el punto de ebullición del agente coalescente es mayor de 240ºC, y preferiblemente mayor de 300ºC. Agentes coalescentes para su uso según la presente invención son bis(2-etilhexanoato)trietilenglicol, 2,2,4-trimetil-1,3-pentanodiolmono(2-metilpropanoato), y combinaciones de los mismos. El bis(2-etilhexanoato)trietilenglicol está disponible comercialmente como Solusolv™ 2075.

Formulaciones a modo de ejemplo adicionales de la presente divulgación incluyen agente(s) de control del olor, por ejemplo, salicilato de metilo, benzaldehído, trans-cinamaldehído y/o vainillina, para enmascarar y/o eliminar olores indeseables asociados con la composición ignífuga intumescente dada a conocer.

En una realización a modo de ejemplo, se proporciona una formulación ignífuga intumescente que sinergiza los efectos de baja cantidad (incluyendo cero) de agente(s) coalescente(s) de liberación de COV con el uso de fibras para mejorar la capacidad de fijación de la composición ignífuga intumescente, por ejemplo, cuando se aplica a un grosor en húmedo de al menos 0,25 mm. Las fibras dadas a conocer son fibras de vidrio que tienen una longitud ≥ 0,2 mm. En realizaciones a modo de ejemplo adicionales, las fibras tienen al menos aproximadamente 0,5 mm de longitud; y según la invención, las fibras son del orden de 0,2 a 3 mm de longitud. La formulación total presenta rendimiento térmico superior a la vez que logra simultáneamente rendimiento potenciado de capacidad de fijación, por ejemplo, en relación con muestras de control, y un aspecto visual ventajoso, es decir, un aspecto sustancialmente uniforme cuando se aplica a un sustrato a grosores convencionales, por ejemplo, a un grosor de al menos 0,25 mm por aplicación. Debe observarse que los grosores de aplicación varían en la práctica, oscilando por ejemplo entre aproximadamente 0,25 mm por aplicación hasta aproximadamente 1 mm por aplicación.

Según la invención, se proporciona una formulación ignífuga intumescente que se basa en la formulación indicada anteriormente (es decir, baja cantidad/cero de agente(s) coalescente(s) de liberación de COV y fibras de vidrio), con la inclusión adicional de un constituyente de arcilla. La arcilla es un mineral de silicato de aluminio de grano fino, clasificado generalmente como caolinita, clorita, illita y montmorillonita-esmectita. Una arcilla a modo de ejemplo usada en las formulaciones intumescentes dadas a conocer es “bentonita”, un filosilicato de aluminio. Sin embargo, la presente divulgación no se limita por o a tal material de arcilla a modo de ejemplo. Las formulaciones intumescentes que contienen arcilla dadas a conocer presentan capacidad de fijación que está mejorada adicionalmente, por ejemplo, en relación con muestras de control, y presenta un aspecto visual sustancialmente uniforme, por ejemplo, cuando se aplica a un grosor de al menos 0,25 mm por aplicación de recubrimiento.

Las realizaciones ignífugas intumescentes a modo de ejemplo dadas a conocer en el presente documento abordan directamente y mejoran las propiedades asociadas con formulaciones ignífugas intumescentes utilizadas actualmente en la industria. Específicamente, las realizaciones ignífugas intumescentes a modo de ejemplo dadas a conocer en el presente documento logran un potencial reducido y/o eliminado para la liberación de COV, a la vez que proporcionan simultáneamente propiedades térmicas ventajosas, capacidad de fijación superior y un aspecto visual sustancialmente uniforme cuando se aplica a un sustrato. En realizaciones a modo de ejemplo adicionales, se logra una reducción ventajosa en la liberación de olor indeseable. La combinación de los beneficios conferidos por las formulaciones ignífugas intumescentes dadas a conocer crea de ese modo un producto eficaz y rentable. Las propiedades beneficiosas de las composiciones ignífugas intumescentes dadas a conocer se traducen directamente en beneficios en la aplicación y el uso de los mismos.

Las características, funciones y beneficios adicionales asociados con las composiciones ignífugas intumescentes dadas a conocer resultarán evidentes a partir de la siguiente descripción detallada.

Descripción de realización/realizaciones a modo de ejemplo

Según las realizaciones de la presente divulgación, se dan a conocer formulaciones ignífugas intumescentes a base de agua ventajosas. Las formulaciones ventajosas y propiedades asociadas se ilustran mediante los ejemplos siguientes. Sin embargo, ha de entenderse que la presente divulgación no se limita por o a las formulaciones específicas dadas a conocer en el presente documento. Más bien, las propiedades beneficiosas de las composiciones ignífugas intumescentes dadas a conocer pueden lograrse (basándose en las enseñanzas de la presente divulgación) con constituyentes de la formulación individuales diferentes que se seleccionan basándose en y/o para reemplazar o reproducir las propiedades de los constituyentes dados a conocer, por ejemplo, desespumantes, resinas, espesantes alternativos y similares.

Los siguientes ejemplos permiten una comparación entre las propiedades de formulaciones ignífugas intumescentes que incluyen/excluyen fibras de vidrio, incluyen constituyentes coalescentes que presentan diferentes volatilidades y potencial de COV asociado, y que incluyen/excluyen un constituyente de arcilla. Las volatilidades de los agentes coalescentes dados a conocer se expresan como los puntos de ebullición, donde los puntos de ebullición más altos se correlacionan con volatilidad más baja.

La formulación ignífuga intumescente de base utilizada en los ejemplos siguientes, excepto si se indica específicamente, se preparó mezclando los componentes siguientes:

FORMULACION DE BASE

Componente	% en peso
Agua	20,59
Antiespumante	0,11
Tensioactivo	0,41
Polifosfato de amonio	26,76
Titania	10,29
Melamina	8,75
Pentaeritritol	8,75
Resina	22,65
2-butoxietanol (agente coalescente)	1,54
Espesante	0,15

Los componentes específicos utilizados en los ejemplos notificados (a menos que se indique otra cosa) son tal como sigue. Sin embargo, ha de entenderse que la presente divulgación no se limita por o a esos componentes a modo de ejemplo.

- El desespumante es BYK 034 disponible de BYK USA, Inc.
- El tensioactivo es Surfactol 365 disponible de Vertellus Specialties, Inc.
- El polifosfato de amonio es AP422 disponible de Clariant GmbH
- La titania es Kronos 2300 disponible de Kronos, Inc.
- La melamina es Micromel 325 disponible de Total Specialty Chemicals
- El pentaeritritol es Penta-Powder 325 disponible de Total Specialty Chemicals
- La resina es UCAR 367 disponible de Arkema, Inc.
- El 2-butoxietanol es Glycol Ether EB disponible de Ashland, Inc.
- El espesante es Natrosol® 250 HBR disponible de Ashland, Inc.

En la preparación de la formulación indicada, los siete (7) primeros componentes enumerados en la tabla anterior se mezclaron entre sí inicialmente, seguido por mezclado vigoroso durante una (1) hora. Entonces se añadió el componente 8, seguido por cinco (5) minutos de mezclado. A la adición del componente 9 le siguieron quince (15) minutos de mezclado y a la adición del componente 10 le siguió una (1) hora de mezclado. En ejemplos donde se incluyeron fibras de vidrio, las fibras de vidrio se añadieron tras el componente 8 y se mezclaron durante veinticinco (25) minutos antes de la adición del componente 9.

Al realizar la experimentación de la formulación de base y mejoras de la misma, se utilizaron una variedad de agentes coalescentes y se muestran en la tabla a continuación. Los efectos de cada uno de los agentes coalescentes sometidos a prueba se indican en los ejemplos a continuación.

TABLA

AGENTES COALESCENTES SOMETIDOS A PRUEBA

Nombre químico	Nombre comercial	Fuente	Punto de ebullición
Acetato de monometil éter de propilenglicol	Glycol Ether PM Acetate	Ashland Inc., Covington, KY	145ºC
2-butoxietanol	Glycol Ether EB	Ashland Inc., Covington, KY	171ºC
Monometil éter de dipropilenglicol	Glycol Ether DPM	Ashland Inc., Covington, KY	188ºC
2,2,4-trimetil-1,3-pentanodiolmono(2-metilpropanoato)	Texanol Ester Alcohol	Sigma-Aldrich Co., Milwaukee, WI	258ºC
Bis(2-etilhexanoato)trietilenglicol	Solusolv™ 2075	Solutia, Inc., St. Louis, MO	344ºC
Ftalato de dioctilo	Ninguna	Sigma-Aldrich Co., Milwaukee, WI	384ºC

Se evaluó la capacidad de fijación para cada ejemplo tal como sigue. Se recubrió un área de 6,35 cm por 6,35 cm en la parte superior de una probeta de metal imprimado de 6,35 cm por 15,24 cm con 3,1 gramos de la formulación que iba a evaluarse. La probeta recubierta se colocó entonces en un soporte que se mantuvo verticalmente a 24ºC y una humedad relativa del 45%. A lo largo de los siguientes treinta (30) minutos, se observó la probeta recubierta para determinar signos de corrimiento o deslizamiento. Entonces se dejó que la probeta recubierta se secara durante cuatro (4) días en estas condiciones ambientales, momento en el cual se midió el grosor de película seca (“dft”) del

recubrimiento en nueve (9) puntos, distribuidos uniformemente sobre el área cubierta. Estas observaciones y mediciones muestran el grado de corrimiento y deslizamiento. El corrimiento se define en este caso como el movimiento descendente del material dentro del área cubierta. El deslizamiento se define en este caso como el movimiento descendente del material por debajo del área cubierta.

EJEMPLO 1 -- MUESTRA COMPARATIVA

La formulación 1 usó el 1,5% en peso del agente de coalescencia 2-butoxietanol. La formulación 1 se considerará como la formulación de base y se sometió a prueba a 24ºC con una humedad relativa del 45%.

Tras aplicar el material húmedo, dos grandes gotas se deslizaron por la probeta vertical por debajo del área original del recubrimiento aplicado. La siguiente tabla muestra los grosores de película seca en el área donde se había aplicado el material.

EJEMPLO 1

RESULTADOS

	Promedio a la izquierda (dft; mm):	Promedio en el centro (dft; mm):	Promedio a la derecha (dft; mm):	Promedio total (dft; mm):
Parte superior	0,299	0,342	0,214	0,285
Parte media	0,318	0,294	0,258	0,290
Parte inferior	0,307	0,326	0,283	0,305
Promedio	0,308	0,321	0,252	0,293

Aunque se observaron gotas claramente, no se encontraron diferencias significativas en los grosores de película seca entre las regiones superior, media e inferior del área recubierta. Este “deslizamiento” constituye capacidad de fijación deficiente.

EJEMPLO 2 -- MUESTRA COMPARATIVA

En la formulación 2, el agente de coalescencia de la formulación 1 se reemplazó por bis(2-etilhexanoato)trietilenglicol (Solusolv™ 2075). La formulación 2 se sometió a prueba a 24ºC con una humedad relativa del 45%.

Tras aplicar el material húmedo, tres grandes gotas se deslizaron por la probeta vertical por debajo del área original del recubrimiento aplicado. La siguiente tabla muestra los grosores de película seca en el área donde se había aplicado el material.

EJEMPLO 2

RESULTADOS

	Promedio a la izquierda (dft; mm):	Promedio en el centro (dft; mm):	Promedio a la derecha (dft; mm):	Promedio total (dft; mm):
Parte superior	0,227	0,217	0,237	0,227
Parte media	0,237	0,229	0,230	0,232
Parte inferior	0,211	0,236	0,271	0,239
Promedio	0,225	0,227	0,246	0,233

De manera similar a la formulación 1, aunque se observaron gotas claramente, no se encontraron diferencias significativas en los grosores de película seca entre las regiones superior, media e inferior del área recubierta. Este “deslizamiento” indica capacidad de fijación deficiente. Además, los ejemplos 1 y 2 muestran que, en ausencia de las fibras (incluidas en los ejemplos posteriores), no se obtuvo ningún beneficio en la capacidad de fijación al reemplazar 2-butoxietanol por el agente coalescente bis(2-etilhexanoato)trietilenglicol (Solusolv™ 2075). Sin embargo, la inclusión del agente coalescente indicado redujo y/o eliminó significativamente el potencial para la liberación de COV en la formulación 2 en relación con la formulación 1.

EJEMPLO 3 -- MUESTRA COMPARATIVA

La formulación 3 era idéntica a la formulación 1, excepto en que parte de la titania (un sólido en polvo) se reemplazó por fibras de vidrio de aproximadamente 3 mm de longitud. La concentración de fibras resultante fue del 1,5% de la formulación total. La formulación 3 se sometió a prueba a 24ºC con una humedad relativa del 45%.

Tras aplicar el material, no goteó nada del material por debajo del área recubierta originalmente, pero se observó que la parte superior del área recubierta se movía en sentido descendente (“corrimiento”), dando como resultado un recubrimiento muy fino y desigual cerca de la parte superior. La siguiente tabla muestra los grosores de película seca en el área donde se había aplicado el material.

EJEMPLO 3

RESULTADOS

	Promedio a la izquierda (dft; mm):	Promedio en el centro (dft; mm):	Promedio a la derecha (dft; mm):	Promedio total (dft; mm):
Parte superior	0,084	0,200	0,260	0,181
Parte media	0,475	0,082	0,063	0,207
Parte inferior	0,423	0,539	0,808	0,590
Promedio	0,327	0,274	0,377	0,326

Los grosores de película seca en la tabla anterior muestran claramente corrimiento dentro del área recubierta para la formulación 3, que contiene 2-butoxietanol como agente coalescente y fibras.

EJEMPLO 4 - EJEMPLO ILUSTRATIVO

La formulación 4 era idéntica a la formulación 2 excepto en que (al igual que en el ejemplo 3) parte de la titania (sólido en polvo) se reemplazó por fibras de vidrio de aproximadamente 3 mm de longitud. De nuevo, la concentración de fibras resultante fue del 1,5% de la formulación total. La formulación 4 se sometió a prueba a 24ºC con una humedad relativa del 45%.

Tras aplicar el material, no se observó corrimiento ni deslizamiento. La siguiente tabla muestra los grosores de película seca en el área donde se había aplicado el material.

EJEMPLO 4

RESULTADOS

	Promedio a la izquierda (dft; mm):	Promedio en el centro (dft; mm):	Promedio a la derecha (dft; mm):	Promedio total (dft; mm):
Parte superior	0,276	0,428	0,284	0,329
Parte media	0,433	0,599	0,264	0,432
Parte inferior	0,487	0,572	0,321	0,460
Promedio	0,399	0,533	0,290	0,407

Los grosores de película seca en la tabla anterior muestran poco corrimiento, en caso de haberlo, dentro del área recubierta, lo que demuestra el beneficio de reemplazar 2-butoxietanol por el agente coalescente bis(2-etilhexanoato)trietilenglicol (Solusolv™ 2075) cuando están presentes fibras en la formulación. Además, la inclusión del agente coalescente indicado redujo y/o eliminó significativamente el potencial para la liberación de COV.

Los ejemplos 5 y 6 muestran resultados similares en comparación con los ejemplos 3 y 4, pero a una humedad relativa del 65%.

EJEMPLO 5 -- MUESTRA COMPARATIVA

Se sometió a prueba la formulación 3 a 24ºC con una humedad relativa del 65%. En particular, la formulación incluía 2-butoxietanol como agente coalescente y fibras. Tras aplicar el material, nada del material se deslizó por debajo del área recubierta originalmente, pero se observó que la parte superior del área recubierta se movía en sentido descendente, dando como resultado una cobertura muy fina cerca de la parte superior. La siguiente tabla muestra los grosores de película seca en el área donde se había aplicado el material.

EJEMPLO 5

RESULTADOS

	Promedio a la izquierda (dft; mm):	Promedio en el centro (dft; mm):	Promedio a la derecha (dft; mm):	Promedio total (dft; mm):
Parte superior	0,064	0,074	0,199	0,112
Parte media	0,051	0,550	0,335	0,312
Parte inferior	0,636	0,367	0,388	0,464
Promedio	0,250	0,330	0,307	0,296

Los grosores de película seca en la tabla anterior muestran claramente corrimiento dentro del área recubierta para la formulación dada a conocer que contiene 2-butoxietanol como agente coalescente y fibras.

EJEMPLO 6 - EJEMPLO ILUSTRATIVO

La formulación 4 se sometió a prueba a 24ºC con una humedad relativa del 65%. Tras aplicar el material, no se

observó corrimiento ni deslizamiento. La siguiente tabla muestra los grosores de película seca en el área donde se había aplicado el material.

EJEMPLO 6

RESULTADOS

	Promedio a la izquierda (dft; mm):	Promedio en el centro (dft; mm):	Promedio a la derecha (dft; mm):	Promedio total (dft; mm):
Parte superior	0,491	0,350	0,900	0,580
Parte media	0,520	0,407	0,189	0,372
Parte inferior	0,201	0,201	0,332	0,245
Promedio	0,404	0,319	0,474	0,399

Los grosores de película seca en la tabla anterior no muestran corrimiento dentro del área recubierta. De hecho, los grosores en la parte superior son mayores que en la parte inferior. El resultado se debe probablemente a una aplicación desigual del material, que se realizó a mano. Se esperaría que una aplicación desigual de este tipo potenciara el corrimiento, pero sin embargó no se observó ni se midió ninguno. De nuevo, esto demuestra el beneficio en la capacidad de fijación reemplazando 2-butoxietanol por el agente coalescente bis(2-etilhexanoato)trietilenglicol (Solusolv™ 2075) cuando están presentes fibras en la formulación. Además, la inclusión del agente coalescente indicado redujo y/o eliminó significativamente el potencial para la liberación de COV.

Los ejemplos 7 y 8 muestran el beneficio adicional de añadir arcilla a la formulación.

EJEMPLO 7 -- MUESTRA COMPARATIVA

Para determinar si la inclusión de arcilla en las formulaciones intumescentes dadas a conocer mejoraba la capacidad de fijación, se realizó el mismo procedimiento que en los ejemplos 1 a 6 anteriores, excepto en que la cantidad de material húmedo recubierto sobre las probetas se aumentó desde 3,1 hasta 3,66 gramos. El material de recubrimiento aumentado dio como resultado el corrimiento de esta formulación (tal como se muestra a continuación) y permitió que se observaran los beneficios de la arcilla en la formulación. La formulación 4 se sometió a prueba a 24ºC con una humedad relativa del 45%.

Tras aplicar el material, nada del material se deslizó por debajo del área recubierta originalmente, pero se observó que la parte superior del área recubierta se movía en sentido descendente, dando como resultado una cobertura muy fina cerca de la parte superior. La siguiente tabla muestra los grosores de película seca en el área donde se había aplicado el material.

EJEMPLO 7

RESULTADOS

	Promedio a la izquierda (dft; mm):	Promedio en el centro (dft; mm):	Promedio a la derecha (dft; mm):	Promedio total (dft; mm):
Parte superior	0,214	0,146	0,163	0,174
Parte media	0,428	0,700	0,468	0,532
Parte inferior	0,422	0,966	0,588	0,659
Promedio	0,355	0,604	0,406	0,455

Los grosores de película seca en la tabla anterior muestran claramente corrimiento dentro del área recubierta para la formulación 4, que contiene fibras y el agente coalescente bis(2-etilhexanoato)trietilenglicol (Solusolv™ 2075) a este peso superior del recubrimiento.

EJEMPLO 8

Se preparó la formulación 5 de manera idéntica a la formulación 4, excepto en que parte de la titania (sólido en polvo) se reemplazó por arcilla de bentonita. La concentración de arcilla resultante fue del 1% de la formulación total. Para determinar si la arcilla mejoraba la capacidad de fijación, se realizó el mismo procedimiento que en el ejemplo 7. La formulación 5 se sometió a prueba a 24ºC con una humedad relativa del 45%.

Tras aplicar el material, no se observó corrimiento ni goteo. La siguiente tabla muestra los grosores de película seca en el área donde se había aplicado el material.

EJEMPLO 8

RESULTADOS

	Promedio a la izquierda (dft; mm):	Promedio en el centro (dft; mm):	Promedio a la derecha (dft; mm):	Promedio total (dft; mm):
Parte superior	0,483	0,456	0,272	0,404
Parte media	0,293	0,562	0,493	0,449
Parte inferior	0,734	0,411	0,496	0,547
Promedio	0,503	0,476	0,420	0,467

Los grosores de película seca en la tabla anterior muestran muy poco corrimiento dentro del área recubierta, lo que demuestra el beneficio de añadir arcilla a la formulación que contiene fibras y el agente coalescente bis(2-etilhexanoato)trietilenglicol (Solusolv™ 2075) al peso superior del recubrimiento. Además, la inclusión del agente coalescente indicado redujo y/o eliminó significativamente el potencial para la liberación de COV.

EJEMPLO 9 -- MUESTRA COMPARATIVA

Se preparó la formulación 6 de manera idéntica a la formulación 4, excepto en que el agente coalescente bis(2-etilhexanoato)trietilenglicol (Solusolv™ 2075) se reemplazó por ftalato de dioctilo (disponible de Sigma-Aldrich Chemical Co.). La formulación 6 se sometió a prueba a 24ºC con una humedad relativa del 45%.

Tras aplicar el material, no goteó nada del material por debajo del área recubierta originalmente, pero se observó que la parte superior del área recubierta se movía en sentido descendente ("corrimiento"), dando como resultado un recubrimiento muy fino cerca de la parte superior. La siguiente tabla muestra los grosores de película seca en el área donde se había aplicado el material.

EJEMPLO 9

RESULTADOS

	Promedio a la izquierda (dft; mm):	Promedio en el centro (dft; mm):	Promedio a la derecha (dft; mm):	Promedio total (dft; mm):
Parte superior	0,135	0,240	0,102	0,159
Parte media	0,479	0,222	0,457	0,386
Parte inferior	0,312	0,270	0,478	0,353
Promedio	0,309	0,244	0,346	0,299

Los grosores de película seca en la tabla anterior muestran corrimiento dentro del área recubierta para la formulación 6, que contiene ftalato de dioctilo como agente coalescente y fibras.

EJEMPLO 10 – MUESTRA COMPARATIVA

Se preparó la formulación 7 de manera idéntica a la formulación 4, excepto en que el agente coalescente bis(2-etilhexanoato)trietilenglicol (Solusolv™ 2075) se reemplazó por metil éter de dipropilenglicol (glycol Ether DPM disponible de Ashland, Inc.). La formulación 7 se sometió a prueba a 24ºC y con una humedad relativa del 45%.

Tras aplicar el material, no goteó nada del material por debajo del área recubierta originalmente, pero se observó que la parte superior del área recubierta se movía en sentido descendente ("corrimiento"), dando como resultado una cobertura muy fina cerca de la parte superior. La siguiente tabla muestra los grosores de película seca en el área donde se había aplicado el material.

EJEMPLO 10

RESULTADOS

	Promedio a la izquierda (dft; mm):	Promedio en el centro (dft; mm):	Promedio a la derecha (dft; mm):	Promedio total (dft; mm):
Parte superior	0,284	0,332	0,084	0,233
Parte media	0,423	0,197	0,573	0,398
Parte inferior	0,491	0,636	0,446	0,524
Promedio	0,399	0,388	0,368	0,385

Los grosores de película seca en la tabla anterior muestran corrimiento dentro del área recubierta para la formulación 7, que contiene metil éter de dipropilenglicol como agente coalescente y fibras.

EJEMPLO 11 - EJEMPLO ILUSTRATIVO

Se preparó la formulación 8 de manera idéntica a la formulación 4, excepto en que el agente coalescente bis(2-etilhexanoato)trietilenglicol (Solusolv™ 2075) se reemplazó por 2,2,4-trimetil-1,3-pentanodiolmono(2-metilpropanoato) (Texanol Ester Alcohol disponible de Sigma-Aldrich Chemical Co.). La formulación 8 se sometió a prueba a 24ºC y con una humedad relativa del 45%.

Tras aplicar el material, no se observó corrimiento ni deslizamiento. La siguiente tabla muestra los grosores de película seca en el área donde se había aplicado el material.

EJEMPLO 11

RESULTADOS

	Promedio a la izquierda (dft; mm):	Promedio en el centro (dft; mm):	Promedio a la derecha (dft; mm):	Promedio total (dft; mm):
Parte superior	0,440	0,422	0,296	0,386
Parte media	0,610	0,282	0,470	0,454
Parte inferior	0,419	0,390	0,483	0,431
Promedio	0,490	0,365	0,416	0,424

Los grosores de película seca en la tabla anterior muestran muy poco corrimiento, en caso de haberlo, dentro del área recubierta, lo que demuestra el beneficio del agente coalescente 2,2,4-trimetil-1,3-pentanodiolmono(2-metilpropanoato) cuando están presentes fibras en la formulación. Además, el agente coalescente 2,2,4-trimetil-1,3-pentanodiolmono(2-metilpropanoato) redujo y/o eliminó significativamente el potencial para la liberación de COV.

EJEMPLO 12 -- COMPARATIVE EJEMPLO

Se preparó la formulación 9 igual que la formulación 4, excepto en que el agente coalescente bis(2-etilhexanoato)trietilenglicol (Solusolv™ 2075) se reemplazó por acetato de monometil éter de propilenglicol (Glycol Ether PM Acetate disponible de Ashland, Inc.). La formulación 9 se sometió a prueba a 24ºC y con una humedad relativa del 45%.

Tras aplicar el material, no se observó corrimiento ni deslizamiento. La siguiente tabla muestra los grosores de película seca en el área donde se había aplicado el material.

EJEMPLO 12

RESULTADOS

	Promedio a la izquierda (dft; mm):	Promedio en el centro (dft; mm):	Promedio a la derecha (dft; mm):	Promedio total (dft; mm):
Parte superior	0,482	0,258	0,483	0,408
Parte media	0,293	0,463	0,417	0,391
Parte inferior	0,553	0,261	0,360	0,391
Promedio	0,443	0,327	0,420	0,397

Los grosores de película seca en la tabla anterior muestran poco corrimiento, en caso de haberlo, dentro del área recubierta, lo que demuestra los beneficios relacionados con la capacidad de fijación del agente coalescente acetato de monometil éter de propilenglicol cuando están presentes fibras en la formulación. Sin embargo, el agente coalescente acetato de monometil éter de propilenglicol no redujo el potencial para la liberación de COV debido a su bajo punto de ebullición de 145ºC.

Los resultados en los ejemplos 1 to 12 demuestran que se proporcionan composiciones ignífugas intumescentes sinérgicas según la presente divulgación, es decir, con referencia a las formulaciones intumescentes de los ejemplos 4, 6, 8 y 11. En particular, se proporcionan composiciones intumescentes ventajosas que presentan un potencial significativamente reducido y/o eliminado para la liberación de COV basándose en el uso de al menos dos (2) agentes coalescentes (concretamente, bis(2-etilhexanoato)trietilenglicol y 2,2,4-trimetil-1,3-pentanodiolmono(2-metilpropanoato)) y que, cuando se formulan en combinación con fibras, por ejemplo, fibras de vidrio de 3 mm de longitud, presentan propiedades de capacidad de fijación altamente deseables. Cada una de las composiciones ignífugas intumescentes preparadas según la presente divulgación, es decir, las composiciones ignífugas de los ejemplos 4, 6, 8 y 11, también presentan propiedades ignífugas y/o retardantes del fuego comercialmente aceptables y un aspecto visual sustancialmente uniforme cuando se aplica a una probeta/sustrato. Debe indicarse, sin embargo, que los resultados experimentales ilustran adicionalmente que determinados agentes coalescentes que tienen el potencial para reducir la liberación COV, específicamente ftalato de dioctilo y metil éter de dipropilenglicol, no fueron eficaces en proporcionar composiciones intumescentes que presenten propiedades aceptables de capacidad de fijación como parte de las formulaciones ignífugas intumescentes dadas a conocer (véanse, por ejemplo, los ejemplos 9 y 10).

Con referencia específica al ejemplo 7 (comparativo) y al ejemplo 8, los resultados experimentales expuestos en el presente documento demuestran los beneficios de capacidad de fijación asociados con la inclusión de arcilla en las formulaciones intumescentes dadas a conocer. De hecho, la inclusión de arcilla en la formulación indicada hizo posible aumentar significativamente el grosor del recubrimiento en la probeta/el sustrato experimental sin encontrar deslizamiento o corrimiento indeseable.

Aunque las formulaciones a modo de ejemplo de los ejemplos 4, 6, 8 y 11 incluyen fibras de vidrio que tiene una longitud de 3 mm, la presente divulgación no se limita a tales sistemas de fibras. Además, pueden emplearse sistemas de fibras que tienen diferentes longitudes de fibra. Por ejemplo, pueden proporcionarse formulaciones intumescentes ventajosas según la presente divulgación usando fibras de vidrio que tienen una longitud de aproximadamente 0,5 mm a un nivel de aproximadamente el 2% al 6% en peso de la formulación total. Pueden proporcionarse sistemas intumescentes ventajosos alternativos que incluyan fibras de vidrio que tengan una longitud de 3 mm a un nivel de aproximadamente el 0,5% al 2,5% en peso de la formulación total. También se contempla que pueden emplearse sistemas de fibras que incluyen combinaciones de fibras de diferentes longitudes de fibra, por ejemplo, fibras de 0,5 mm y fibras de 3 mm. En aplicaciones que incluyen combinaciones de fibras de fibras de diferentes tamaños, puede ser deseable variar el porcentaje en peso de las fibras incluidas en la formulación intumescente para lograr los resultados deseados.

Aunque la presente divulgación se ha descrito con referencia a realizaciones e implementaciones a modo de ejemplo, ha de entenderse que la presente divulgación ni se limita ni se restringe a tales realizaciones y/o implementaciones a modo de ejemplo.

REIVINDICACIONES

1. Composición ignífuga intumescente, que comprende una formulación que incluye:

a. una resina;

b. un agente coalescente;

c. fibras de un tamaño predeterminado; y

d. arcilla;

en la que el agente coalescente presenta un punto de ebullición mayor de 240ºC y es eficaz para reducir o eliminar sustancialmente el potencial para la liberación de compuestos orgánicos volátiles (COV);

en la que las fibras son fibras de vidrio y el tamaño predeterminado de las fibras tiene una longitud de entre 0,2 mm y 3 mm; y

en la que la composición ignífuga intumescente ofrece un rendimiento ignífugo y de capacidad de fijación, caracterizada porque el agente coalescente se selecciona de un grupo que consiste en 2,2,4-trimetil-1,3-pentanodiolmono(2-metilpropanoato) y bis(2-etilhexanoato)trietilenglicol.

2. Composición ignífuga intumescente según la reivindicación 1, caracterizada porque la formulación es a base de agua.

3. Composición ignífuga intumescente según la reivindicación 1, caracterizada porque la formulación incluye además un desespumante y un espesante.

4. Composición ignífuga intumescente según la reivindicación 1, caracterizada porque la formulación incluye además al menos uno de titania, un polifosfato, melamina y pentaeritritol.

5. Composición ignífuga intumescente según la reivindicación 1, caracterizada porque las fibras están incluidas en la formulación a un nivel de entre el 0,5% y el 6% en peso.

6. Composición ignífuga intumescente según la reivindicación 1, caracterizada porque el tamaño predeterminado de las fibras tiene una longitud de entre 2 mm y 3 mm.

7. Composición ignífuga intumescente según la reivindicación 1, caracterizada porque la formulación comprende además un constituyente que es eficaz para disminuir o eliminar olores potencialmente desagradables.

8. Composición ignífuga intumescente según la reivindicación 7, caracterizada porque el constituyente se selecciona del grupo que consiste en salicilato de metilo, benzaldehído, trans-cinamaldehído y vainillina.

9. Composición ignífuga intumescente según la reivindicación 1, caracterizada porque la arcilla está incluida en la formulación a un nivel del uno por ciento en peso.

10. Método para proporcionar protección ignífuga a un sustrato, que comprende:

a. proporcionar una composición ignífuga que tiene una formulación que incluye (i) una resina; (ii) un agente coalescente; (iii) fibras de un tamaño predeterminado; y arcilla;

b. aplicar la composición ignífuga al sustrato;

en el que el agente coalescente presenta un punto de ebullición mayor de 240ºC y es eficaz para reducir o eliminar sustancialmente el potencial para la liberación de compuestos orgánicos volátiles (COV);

en el que dichas fibras son fibras de vidrio y el tamaño predeterminado de las fibras tiene una longitud de entre 0,2 mm y 3 mm; y

en el que la composición ignífuga intumescente ofrece un rendimiento ignífugo y de capacidad de fijación cuando se aplica al sustrato, caracterizado porque el agente coalescente se selecciona de un grupo que consiste en 2,2,4-trimetil-1,3-pentanodiolmono(2-metilpropanoato) y bis(2-etil-hexanoato)trietilenglicol.