

MINISTERIO DE INDUSTRIA
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



ESPAÑA

19 ES	11 21	NUMERO -464.488	10 AI
	22	FECHA DE PRESENTACION 25-11-77	

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES: 31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
49567/76	27 de noviembre de 1.976	Inglaterra.

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL C09K	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
------------------------	--	--------------------------------------

54 TITULO DE LA INVENCION PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR UNA COMPOSICION INTUMESCENTE.
--

71 SOLICITANTE (S) BRITISH INDUSTRIAL PLASTICS LIMITED.
--

DOMICILIO DEL SOLICITANTE 20 St. Mary's Parsonage, Manchester M3 2NL, Inglaterra.
--

72 INVENTOR (ES) BRIAN YORK DOWNING, GEORGE DENNIS HAMER.
--

73 TITULAR (ES)

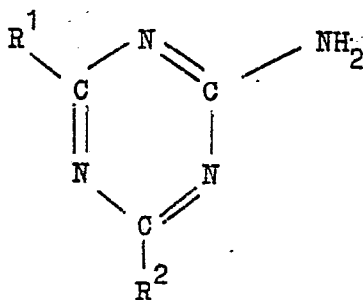
74 REPRESENTANTE GOMEZ-ACEBO.

5 Esta invención se relaciona con un procedimiento para preparar composiciones intumescentes. Dichas composiciones se emplean normalmente para formar revestimientos que, cuando se calientan, hinchan y forman una barrera de espuma estable para proporcionar un grado de aislamiento al sustrato subyacente.

Dichas composiciones contienen convencionalmente un aglutinante polimérico, normalmente termoplástico, y aditivos que dan lugar a las propiedades intumescentes.

10 Estos últimos son convencionalmente un material derivado de un ácido inorgánico, normalmente un fosfato, un material carbonáceo, normalmente polihídrico, y un agente de expansión tal como melamina, de modo que cuando se calienta el material carbonáceo el mismo se carboniza a carbón y se
15 hincha para formar una espuma mediante el agente expansionante.

De acuerdo con la presente invención se proporciona una composición intumescente que comprende un aglutinante resinoso y una fuente de ácido inorgánico, una fuente de carbono y, como agente expansionante, una sal de una
20 2-amino-s-triazina de fórmula general:



25 en la que R¹ y R², pueden ser iguales o diferentes, se eligen cada uno entre hidrógeno, halógeno, hidroxilo y amino y entre grupos alquilo, alquilo sustituido, alquenilo y alquenilo sustituido que contienen hasta 6 átomos de carbono, con

un ácido carboxílico polibásico saturado o insaturado que contiene hasta 2 átomos de carbono no carboxílicos por grupo carboxilo.

5 La fuente de ácido inorgánico, fuente de carbono y agente expansionante se pueden elegir entre una gama de materiales como más abajo se indica. Al objeto de que las propiedades intumescentes de las composiciones se mantengan en condiciones húmedas, es preferible que los materiales usados tengan bajas solubilidades en agua para resistir su lixiviación de la composición. Por otro lado, si una composición ha de utilizarse en condiciones de baja humedad, es entonces solo cuando esta necesidad se reduce en gran extensión.

15 La fuente de ácido inorgánico será generalmente un material inorgánico que proporcione un ácido mineral, tal como sulfúrico o fosfórico, a una temperatura entre 200 y 250°C. Un ejemplo preferido es el polifosfato amónico.

20 La fuente de carbono es un compuesto orgánico que contiene grupos hidroxilo que reaccionarán con el ácido y una elevada proporción de carbono, de modo que cuando se carbonice durante el calentamiento se obtendrá una cantidad útil de carbono. Ejemplos de tales materiales son almidones, alcoholes polihídricos tales como eritritol, pentaeritritol, di- y tri-pentaeritritol y azúcares tales como glucosa, maltosa. El material preferido es dipentaeritritol.

25 Es necesario que el agente expansionante libere gases gases no inflamables a la temperatura a la cual el revestimiento comienza a fundir y carbonizarse, de modo que se pueda formar una espuma a partir de la masa carbonizada.

30 Se ha encontrado que las sales de 2-amino-s-triazina definidas anteriormente, aumentaran las propiedades

intumescentes de la composición y también su resistencia al fuego. Las sales más preferidas resultan ser el monooxalato de melamina y el oxalato de dimelamina.

5 Por otro lado, se logran ciertas ventajas en las propiedades intumescentes y/o resistencia al fuego, en relación con las composiciones que omiten estas sales, cuando se utilizan sales tales como oxalato de acetoguanamina, oxalato de propioguanamina, succinato de melamina y maleato de melamina.

10 En las composiciones, la relación de aglutinante resinoso a aditivos intumescentes en total, es con preferencia del orden de 75:25 a 40:60 en peso.

15 Similarmente, entre los aditivos intumescentes la relación (en peso) de fosfato a fuente de carbono + agente expansionante, en total, es con preferencia del orden de 85:15 a 30:70 y la relación de compuesto polihídrico a agente expansionante (en peso) es con preferencia de 90:10 a 10:90.

20 El aglutinante resinoso se puede encontrar en la composición en forma de una solución de resina de poliéster insaturado en monómero, incluyendo también la composición un catalizador y un promotor del curado para la resina, aditivos intumescentes y opcionalmente otros aditivos tales como pigmentos.

25 El poliéster insaturado se utiliza normalmente en la composición en forma de una solución del polímero en un monómero tal como estireno, siendo preferiblemente la cantidad de monómero del orden de 20 a 60 % en peso.

30 Por el término poliéster insaturado se quiere dar a entender un poliéster del tipo que contiene insaturación carbono-carbono a lo largo de su cadena de espina dorsal.

El poliéster insaturado es preferiblemente plasticado para realzar su capacidad como aglutinante en el sistema intumesciente.

5 Como plastificante se puede utilizar una resina de poliéster insaturado, siendo ésta también una solución en monómero de estireno, con un contenido en estireno similar al del otro poliéster. Resinas plastificantes adecuadas para utilizarse en ésta composición son las que se caracterizan por contener unidades derivadas de ácidos alifáticos dibásicos de cadena larga, tales como los ácidos adípico, azelaico, sebá-
10 cico y linoleico, o polioles de cadena larga tales como dietilenglicol, trietilenglicol, 1,6-hexanodiol o aceite de ricino. Por el término "cadena larga" se quiere dar a entender compuestos que tienen más de 3 átomos de carbono entre los grupos
15 funcionales (es decir, hidroxilo o carboxilo).

Alternativamente, el plastificante puede ser un compuesto plastificante conocido, tal como un fosfato de alquilo, un fosfato de alquilo halogenado, una parafina halogenada y plastificantes de tipo éster, tales como ftalato de
20 dioctilo y maleato de dioctilo. Los plastificantes preferidos contienen fósforo o halógeno o ambos, siendo éstos compuestos plastificantes ignífugos que, como se ha encontrado ahora, mejoran la eficacia del sistema intumesciente. Los plastifi-
25 cantes particularmente preferidos son fosfato de tri-2,3-dibromopropilo, fosfato de tris-monocloroetilo y fosfato de tri-etilo. Las composiciones intumescientes basadas en poliésteres insaturados plasticados constituyen el objeto de la solicitud británica copendiente No. 19695/77.

30 Alternativamente, la composición puede tener la forma de un sistema de pintura en donde la composición to-

tal no solo incluye la solución de resina y aditivos intumescentes, sino también otro disolvente tal como xilol y/o n-butanol, secantes, por ejemplo cobalto metálico, plomo y otros aditivos, por ejemplo pigmentos. La resina puede ser, por ejemplo, una resina alquídica. de secado al aire o una composición alquido/amino de cochuración.

La resina en cualquiera de los sistemas contiene preferiblemente de 10 a 40 % en peso de halógeno combinado, por ejemplo cloro o bromo, puesto que tales resinas tienen una ignifugacidad mejorada y de éste modo mejoran las cualidades ignífugas de los revestimientos preparados a partir de las mismas, aumentando las propiedades intumescentes del sistema.

Si bien el empleo principal de las composiciones de ésta invención reside en los revestimientos, resultan posibles otros empleos. Uno de tales empleos reside en tiras colocadas alrededor de los bordes de las puertas de emergencia, bien en un rebaje sobre las puertas o bien en la jamba de las mismas. En éste caso, la función de las tiras consiste en intumescer bajo las condiciones de fuego para actuar como una junta ignífuga alrededor de la puerta para disminuir la velocidad a la cual puede penetrar el fuego por los bordes de la puerta.

La invención se describirá ahora más detalladamente y solamente de forma ilustrativa, por medio de los siguientes ejemplos.

EJEMPLOS

(i) Preparación de las resinas de poliéster

Resina A

1.303 g de etilenglicol, 4.082 g de ácido hexacloroendometilentetrahidroftálico (sumi-

5

nistrado al comercio por Hooker Chemicals con el nombre comercial ácido HET) y 822 g de anhídrido maleico, se condensan, a temperaturas de hasta 170°C, hasta obtener un producto con un índice de acidez de 30-35 mg KOH/gm. Se añade 0,26 g de hidroquinona y el producto se disuelve luego en estireno monómero para formar una solución de resina que contiene 60 % en peso de poliéster.

10

El material tiene un contenido en cloro de 23,9 %, basado en el peso de la solución de resina.

Resina B (Resina plastificante)

15

453,5 g de dietilenglicol, 163,3 g de propilenglicol, 356 g de ácido isoeftálico, 205,5 g de anhídrido maleico, 288 g de ácido adípico y 58 g de ácido dimérico (Empol 3,020 ex Unilever Emery), se condensan a temperaturas de hasta 200°C hasta obtener un producto con un índice de acidez de 25-35 mg KOH/gm. Se añaden 0,092 g de hidroquinona y el producto se disuelve luego en estireno monómero para formar una solución de resina que contiene 70 % en peso de poliéster.

20

25

Resina C

30

3.010 g de dietilenglicol, 193 g de etilenglicol, 490 g de propilenglicol, 210 g de nonanol, 2.590 g de ácido isoeftálico y 2.038 g de anhídrido maleico, se condensan a temperaturas de hasta 220°C hasta obte-

ner un producto con un índice de acidez inferior a 20 mg KOH/gm. Se añaden 0,9 g de hidroquinona y el producto se disuelve luego en estireno monómero para formar una solución de resina que contiene 67 % en peso de poliéster.

5

Resina D

381 g de dibromoneopentilglicol, 97 g de anhídrido maleico y 128 g de ácido HET, se condensan a temperaturas de hasta 170°C hasta obtener un producto con un índice de acidez de 30-35 mg KOH/gm. Se añaden 0,07 g de hidroquinona y el producto se disuelve luego en una mezcla de 324 g de estireno monómero y 24 g de metacrilato de metilo. El material tiene un contenido en bromo de 24,7 % y un contenido en cloro de 7,4 %, basado en el peso de solución de resina.

10

15

Resina E

180,2 g de glicerol (99% de pureza, 669,8 g de ácido HET, 6,7 g de anhídrido maléico y 645 g de ácidos grasos de semillas de girasol, se condensan a temperaturas de hasta 170°C hasta obtener productos con un índice de acidez de 7,45 mg KOH/g. El producto se mezcla con xilol para dar una solución de resina que contiene 82 % en peso de resina alquídica. El material tiene un contenido en cloro de 26 %, basado en el peso de la resina alquídica sólida.

20

25

30

(ii) Preparación de capas de gel de resina de poli-
éster intumescente, basado en las resinas A, B,
C y D

5 Se mezclan groseramente lotes de 140 g de cada una de las
formulaciones descritas en las Tablas 1 y 2 siguientes y a
continuación se dispersan finamente mediante molturación sobre
un molino de triple rodillo. Se toman entonces partes alicuo-
tas de 50 g y se tratan con 0,3 ml de acelerador de cobalto
5502/8 (ex Novadel Ltd.) y 0,3 ml de peróxido, Trigonox 44B
10 (ex Novadel Ltd.). La composición catalizada se aplica luego
a una lámina de celofán estirada tirantemente sobre una pieza
de placa de cristal de 0,09 m² y se esparce en una película
uniforme de 15 micras de espesor empleando una cuchilla aplica-
dora. La capa de gel se deja curar y se refuerza entonces por
15 medio de un laminado de resina de poliéster-vidrio compuesto
de dos capas de esterilla de cabos cortos de 42,5 g impregnadas
con una resina de poliéster para laminación, preacelerada,
de finalidades múltiples (BEETLE 864 ex B.I.P. Chemicals) que
contiene, como catalizador, 1,5 %, basado en el peso de la re-
sina de poliéster, de peróxido de metiletilcetona (SD2 grado
20 ex Laportes). La relación de resina:vidrio del laminado acaba-
do es de 2:1. El laminado se deja curar y el material compuesto
total se retira entonces del celofán y se post-estufa durante
3 horas a 80°C.

25 Las formulaciones son ensayadas en relación con la
vida en almacenamiento y las capas de gel se ensayan en rela-
ción con las propiedades intumescentes, resistencia a la com-
bustión y capacidad para soportar la humedad, detallándose
los resultados de estos ensayos en las Tablas 1 y 2.

30 Los detalles de los procedimientos de ensayo emplea-
dos se ofrecen después de la Tabla 3 de esta Memoria.

TABLA 1

Formulación de capa de gel	1	2	3	4	5	6	7
Resina A	5,7 partes	5,7 partes	5,7 partes	6,8 partes	5,7 partes		
Resina B	2,3 partes	2,3 partes	2,3 partes	1,2 partes	2,3 partes		
Resina C						8,0 partes	
Resina D							8,0 partes
Phos Chek P/30	4,8 partes	4,0 partes	4,0 partes	4,0 partes	4,0 partes	4,0 partes	4,0 partes
Dipentaeritritol	1,2 partes	1,0 partes	1,0 partes	1,0 partes	1,0 partes	1,0 partes	1,0 partes
Melamina		1,0 partes					
Monoxalato de melamina			1,0 partes	1,0 partes	1,0 partes	1,0 partes	1,0 partes
Monosuccinato de melamina							
<u>Vida en almacenamiento (días)</u>	>28	Espesa después de un día	>28	>28	>28	>28	>28
<u>Propiedades intumescentes</u>							
Estabilidad espuma	s	s	s	s	s	s	s
Altura espuma, mm	7,0	7,0	7,0	8,0	7,0	5,0	8,0
<u>Ensayo de combustión</u>							
Tiempo de ignición vapores	30 segs.	30 segs.	30 segs.	240 segs.	30 segs.	30 segs.	>600
Tiempo de ignición superficie	30 segs.	60 segs.	120 segs.	240 segs.	45 segs.	45 segs.	>600
<u>Resistencia a la humedad</u>							
Altura espuma después de 7 días	4 mm	6,5 mm	6 mm	7,5 mm	5 mm	4,5 mm	8 mm
Altura espuma después de 28 días	0 mm	6,5 mm	2,5 mm	6,0 mm	0 mm	3,5 mm	7 mm

NOTA: El laminado sin capa de gel cuando se somete al ensayo de combustión atrapa fuego y continua quemándose después de la exposición a la llama Burnse durante solo 8 segundos.

~~SECRET~~
97
TABLA 1

Formulación de capa de gel	1	2	3	4
Resina A	5,7 partes	5,7 partes	5,7 partes	6,8 partes
Resina B	2,3 partes	2,3 partes	2,3 partes	1,2 partes
Resina C				
Resina D				
Phos Chek P/30	4,8 partes	4,0 partes	4,0 partes	4,0 partes
Dipentaeritritol	1,2 partes	1,0 partes	1,0 partes	1,0 partes
Melamina		1,0 partes		
Monooxalato de melamina			1,0 partes	1,0 partes
Monosuccinato de melamina				
<u>Vida en almacenamiento (días)</u>	>28		>28	>28
		Espe- sa des- pués de un día		
<u>Propiedades intumescentes</u>				
Estabilidad espuma	s	s	s	s
Altura espuma, mm	7,0	7,0	7,0	8,0
<u>Ensayo de combustión</u>				
Tiempo de ignición vapores	30 segs.	30 segs.	30 segs.	240 segs.
Tiempo de ignición superficie	30 segs.	60 segs.	120 segs.	240 segs.
<u>Resistencia a la humedad</u>				
Altura espuma después de 7 días	4 mm	6,5 mm	6 mm	7,5 mm
Altura espuma después de 28 días	0 mm	6,5 mm	2,5 mm	6,0 mm

NOTA: El laminado sin capa de gel cuando se somete al ensayo de combustión atrapa fuego y continua quemándose después de la exposición a la llama Bunse durante solo 8 segundos.

	5	6	7
rtes	5,7 partes		
rtes	2,3 partes		
		8,0 partes	
rtes	4,0 partes	4,0 partes	8,0 partes
rtes	1,0 partes	1,0 partes	4,0 partes
rtes		1,0 partes	1,0 partes
	1,0 partes		
	>28	>28	>28
	s	s	s
	7,0	5,0	8,0
egs.	30 segs.	30 segs.	>600
egs.	45 segs.	45 segs.	>600
mm	5 mm	4,5 mm	8 mm
mm	0 mm	3,5 mm	7 mm

TABLA 2

Formulación de capa de gel	8	9	10	11	12	13
Resina A	6,8 partes	6,8 partes	6,8 partes	6,8 partes	6,8 partes	6,8 partes
Resina B	1,2 partes	1,2 partes	1,2 partes	1,2 partes	1,2 partes	1,2 partes
Phos Chek P/30	4,0 partes	5,0 partes	3,0 partes	4,0 partes	4,0 partes	4,0 partes
Dipentaeritritol	1,0 partes	0,5 partes	1,5 partes	0,5 partes		1,5 partes
Monooxalato de melamina	1,0 partes	0,5 partes	1,5 partes	1,5 partes	2,0 partes	0,5 partes

Propiedades intumescentes

Estabilidad espuma	S	SI	S	S	US	S
Altura espuma, mm	8,0	6,0	8,0	7,0	-	7,0

Ensayo de combustión

Tiempo de ignición vapores	240 segs	30 segs	240 segs	45 segs		195 segs
Tiempo de ignición superficie	240 segs	60 segs	240 segs	90 segs		195 segs

Resistencia a la humedad

Altura espuma después de 7 días	7,5 mm	6,0 mm	7,0 mm	6,0 mm	-	6,5 mm
Altura espuma después de 28 días	6,0 mm	3,0 mm	6,5 mm	4,5 mm	-	5,0 mm

Observaciones: S = Estable
 SI = Ligera inestabilidad
 US = Inestable

En los ejemplos 1 a 5 y 8 a 13 se emplea la resina B para plastificar la resina A que de otro modo sería algo frágil para esta finalidad.

5 (iii) Preparación de pinturas intumescentes basadas en la resina E

10 En la Tabla 3 se describen tres pinturas. Las formulaciones 14 y 15 consistían en acabados de secado al aire mientras que la formulación 16 consistía en un sistema de baja cocción. En las formulaciones 15 y 16, los ingredientes se mezclan groseramente y a continuación se dispersan finamente mediante molturación en un molino de triple rodillo. Estas formulaciones, junto con la No. 14, se reducen entonces a una consistencia de aplicación con brocha mediante dilución con una mezcla de 3 partes en volumen de xilol y 1 parte en volumen de n-butanol.

15 Los tres acabados se aplican mediante brocha a muestras de un laminado de poliéster reforzado con vidrio que tiene una relación de resina:vidrio de 2:1, preparado a partir de dos capas de esterilla de cabos cortos de 42,5 g impregnadas con resina de poliéster BEETLE 864. Los revestimientos preparados a partir de las formulaciones 14 y 15 se dejan secar al aire durante dos días a temperatura ambiente, antes de aplicar la segunda capa. El laminado revestido con la formulación 16 se deja secar al aire durante 15 minutos, antes de cochurarse durante 30 minutos a 95°C. Después de permitir el envejecimiento durante la noche, la muestra se vuelve a revestir y se cochura como anteriormente. A continuación, todas las muestras se dejan envejecer durante 1 semana antes de proceder a su ensayo por los procedimientos anteriormente descritos. Los resultados se incluyen en la Tabla 3. Estos resultados demuestran

claramente que el laminado tiene una ignifugacidad mejorada cuando se reviste con una pintura intumescente.

TABLA 3

Formulación	14	15	16
5 Resina E (83,1% de contenido en sólidos)	192,6 partes	192,6 partes	115,5 partes
BEEBLE 687 ⁽¹⁾ (55% de contenido en sólidos)			116,0 "
Phos Check P/30		80,0 "	80,0 "
Dipentaeritritol		20,0 "	20,0 "
Mono-oxalato de melamina		20,0 "	20,0 "
10 <u>Vida en almacenamiento</u>	> 28 días	> 28 días	> 28 días
<u>Propiedades intumescentes</u>			
(ensayo de la varilla incandescente)			
Estabilidad de espuma	-	8	8
Altura de espuma, mm	Nada	5	6
15 <u>Ensayo de combustión</u>			
Tiempo de ignición vapores	15 segs.	30 segs.	30 segs.
Tiempo de ignición superficie	15 segs.	45 segs.	45 segs.

(1) BE687 es un condensado de melamina-formaldehído isobutilado (ex B.I.P. Chemicals) suministrado como una solución en isobutanol al 55 % de sólidos.

(2) Contenidos como secantes basado en el peso de aglutinante de resina sólida, 0,025 % de cobalto metálico y 0,25 % de plomo.

25 Los procedimientos de ensayo utilizados para obtener los resultados del ensayo ofrecidos en las Tablas 1, 2 y 3 anteriores, son los siguientes.

Propiedades intumescentes

Una varilla de calefacción eléctrica por radiación de 1 kilowatio, de 25 cm de longitud, montada en un plano hori-

5 zontal se pone en funcionamiento y se deja alcanzar un régimen constante. Una muestra del laminado revestido con gel, con la superficie de capa de gel en la parte más superior, se colocan sobre un bloque de composición de asbestos situado por debajo de la varilla, de modo que la superficie de capa de gel se encuentre a 1 cm del punto más bajo de la varilla. La muestra se irradia durante 2 minutos y se retira a continuación. Se lleva a cabo un examen de la superficie de capa de gel para determinar el grado en el cual se ha presentado la intumescencia.

10 Las espumas que son líquidas y se destruyen tras el enfriamiento se consideran como insatisfactorias y se clasifican como inestables. En los casos en donde se obtienen espumas rígidas, se mide la altura máxima de espuma. Esto proporciona una indicación de las propiedades aislantes inherentes del sistema.

15 Ensayos de combustión

Una porción cuadrada de 19,05 mm x 19,05 mm de laminado revestido con gel es soportado por un trípode metálico de tal modo que el laminado descansa en un plano horizontal con la superficie de capa de gel en la parte más superior. Se enciende un mechero Bunsen (Tipo 502/2 fabricado por Amal Ltd., Holdford Road, Birmingham B6 7ES) de gas natural y se ajustan los suministros de gas y aire hasta que la altura de la llama es de 15 cm y la altura del cono azul interior de 5 cm. El mechero se mantiene entonces por encima del laminado con la llama tocando a través de una porción de la superficie revestida con gel. El ángulo de depresión del mechero es de aproximadamente 45° y la distancia del mechero al laminado es tal que la punta más alta del cono azul interior incide justamente sobre la superficie de la capa de gel.

30 A intervalos de 15 segundos se retira la llama y

se lleva a cabo un intento para quemar temporalmente cualquier gas inflamable que se introduzca a través de la esterilla espumada carbonácea. Se anota el tiempo de calentamiento total necesario para conseguir la ignición de los vapores volátiles.

5 En un ensayo separado, establecido del mismo modo, la llama del mechero se retira de nuevo a intervalos de 15 segundos. Se anota el tiempo necesario para que la superficie del laminado continúe ardiendo después de la separación de la llama del mechero. Estas mediciones proporcionan una indicación
10 de las propiedades ignífugas del sistema.

Resistencia a la humedad

Se colocan dos porciones del laminado revestido con gel en una cámara de humedad que funciona bajo las condiciones descritas en BS3900 Parte F2 Abril 1973. (Determinación
15 de la resistencia a la humedad bajo condiciones de condensación). Una de las muestras se expone durante 7 días y la otra durante 28 días. Tras retirar las muestras de la cámara de ensayo, las mismas se secan con pañuelos de papel y se dejan entonces estabilizar durante 24 horas. A continuación se ensayan con respecto a las propiedades intumescentes por medio de
20 un ensayo de la varilla. La altura de espuma obtenida después de la exposición en la cámara de humedad, indica el grado en el cual los aditivos intumescentes son resistentes a la lixiviación de la matriz de capa de gel.

25 Observación: Los laminados con un tiempo de ignición de vapor mínimo de 30 segundos y un tiempo de ignición superficial mínimo de 45 segundos, se consideran que ofrecen una mejora digna de tener en cuenta en las propiedades ignífugas.

EJEMPLOS 17 a 23

30 Se preparan capas de gel, mediante el mismo procedimiento de los ejemplos 1 a 13, con las formulaciones mostradas en la siguiente Tabla 4.

Ejemplo No.	17	18	19	20	21	22	23
<u>Formulación</u>							
Resina A (PGW)	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8
Resina B	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2
Phos Chek P30	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0
Dipentaeritritol	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5
Itaconato de dimelamina							
Oxalato de dibenzoguanamina			1,5				
Maleato de melamina				1,5			
Oxalato de acetoguanamina					1,5		
Oxalato de melamina							1,5
Oxalato de propioguanamina							
<u>Ensayo de la varilla incandescente</u>							
Altura espuma (mm)	2	6	2	4	4	9	8
Estabilidad espuma	S	S	S	S	S	S	S
<u>Ensayo Bunsen</u>							
Ignición superficial (segundos)	30	60	30	68	83	143	180
Ignición vapores (segundos)	30	38	30	45	45	68	38
<u>Ensayo en la cabina de alta humedad</u>							
Altura espuma inicial (mm)	-	6	2	4	4	9	8
Altura espuma redeterminada							
1W (mm)	-	4 (0)	2 (0)	4 (0)	4 (0)	7 (0)	-
1M	-	3 (1)	1 (1)	3 (1)	3 (1)	4 (2)	-
<u>Estabilidad revestimiento</u>							
1D	-	S	S	S	S	S	S
1W	-	T	S	S	S	S	-
1M	-	T	S	S	S	S	-

TABLA 4

Ejemplo No.	17	18	19	20
<u>Formulación</u>				
Resina A (PGW)	6,8	6,8	6,8	6,8
Resina B	1,2	1,2	1,2	1,2
Phos Chek P30	3,0	3,0	3,0	3,0
Dipentaeritritol	1,5	1,5	1,5	1,5
Itaconato de dimelamina		1,5		
Oxalato de dibenzoguanamina			1,5	
Maleato de melamina				1,5
Oxalato de acetoguanamina				
Oxalato de melamina				
Oxalato de propioguanamina				
<u>Ensayo de la varilla incandescente</u>				
Altura espuma (mm)	2	6	2	4
Estabilidad espuma	S	S	S	S
<u>Ensayo Bunsen</u>				
Ignición superficial (segundos)	30	60	30	68
Ignición vapores (segundos)	30	38	30	45
<u>Ensayo en la cabina de alta humedad</u>				
Altura espuma inicial (mm)	-	6	2	4
Altura espuma redeterminada				
1W (mm)	--	4 (0)	2 (0)	4 (0)
1M	-	3 (1)	1 (1)	3 (1)
<u>Estabilidad revestimiento</u>				
1D	-	S	S	S
1W	-	T	S	S
1M	-	T	S	S

20	21	22	23
6,8	6,8	6,8	6,8
1,2	1,2	1,2	1,2
3,0	3,0	3,0	3,0
1,5	1,5	1,5	1,5
1,5			
	1,5		
		1,5	
			1,5
4	4	9	8
S	S	S	S
68	83	143	180
45	45	68	38
4	4	9	8
4 (0)	4 (0)	7 (0)	-
3 (1)	3 (1)	4 (2)	-
S	S	S	S
S	S	S	-
S	S	S	-

Las muestras se ensayan como en los ejemplos 1 a 13, mostrándose en la Tabla los resultados de estos ensayos.

5 El ejemplo 17 es un ejemplo comparativo en el cual se ha omitido el agente expansionante de la composición intumescente. Los otros ejemplos experimentan varias sales, incluyéndose también con fines comparativos el oxalato de melamina.

10 Es evidente a partir de estos ensayos que el oxalato de dibenzoguanamina no tiene efecto beneficioso alguno sobre las propiedades de la composición, mostrando todas las otras sales efectos beneficiosos, siendo el más eficaz el mono-oxalato de melamina.

EJEMPLOS 24 a 30

15 Se prepara una serie de capas de gel por el mismo procedimiento de los ejemplos 1 a 13, empleando la formulación del ejemplo 10, excepto que el oxalato de melamina se sustituye por las sales de melamina de varios ácidos carboxílicos, empleándose de nuevo el oxalato de melamina con fines comparativos y bajo las mismas condiciones. Las sales son mono-
20 sales (1 a 1) excepto cuando se diga lo contrario.

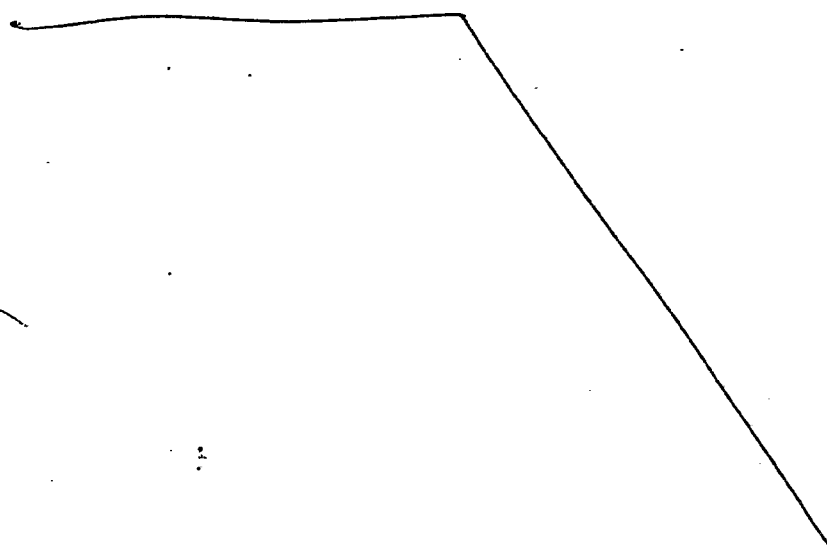
Las propiedades intumescentes de las composiciones fueron ensayadas, indicándose los resultados obtenidos en la Tabla 5.

TABLA 5

Ej. No.	ACIDO DIBASICO	CARACTERISTICAS INTUMESCENTES			CARBONO	
		ALTURA ESPUMA	IGNICION VAPORES (segds.)	IGNICION SUPERFICIAL (segds.)	No. de átomos de carbono no carboxílicos	%C
24	Oxálico	9 mm	68 s	143 s	0	0
25	Oxálico (sal dimetilamina)	8/9	45	120	0	0
26	Succínico	5	30	90	2	20,3
27	Malónico	5	30	75	1	11,5
28	Maléico	4	45	68	2	20,7
29	Itacónico (sal dimelamina)	6	38	60	3	27,7
30	Adípico	4	30	60	4	32,9

15

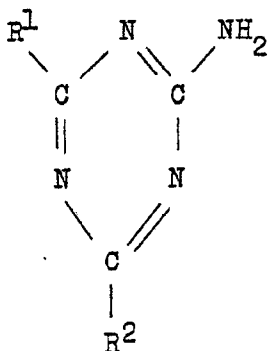
Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental.



REIVINDICACIONES

1.- Procedimiento para preparar una composición intumescente, caracterizado porque comprende las etapas de:

(a) hacer reaccionar una 2-amino-s-triazina de fórmula general



10 en la que R¹ y R², que pueden ser iguales o diferentes, se eligen cada uno entre hidrógeno, halógeno, hidroxilo, amino, alquilo, alquilo sustituido, alquenilo y alquenilo sustituido conteniendo hasta 6 átomos de carbono; con un ácido carboxílico polibásico, saturado o insaturado, conteniendo hasta 2 átomos de carbono no carboxílicos por grupo carboxilo; para preparar un agente expansionante;

(b) mezclar dicho agente expansionante con un aglutinante resinoso, una fuente de ácido inorgánico y una fuente de carbono; y

15 (c) curar dicho aglutinante resinoso.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque al menos uno de los radicales R¹ y R² del reactante de triazina es un grupo amino.

3.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque como triazina se hace reaccionar una elegida entre
20 melamina, propioguanamina y acetoguanamina.

4.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque como ácido carboxílico polibásico se hace reaccionar un ácido carboxílico dibásico elegido

entre ácido oxálico y ácido succinico.

5.- Procedimiento según las reivindicaciones 3 y 4, caracterizado porque la reacción proporciona monooxalato de melamina.

5 6.- Procedimiento según las reivindicaciones 3 y 4, caracterizado porque la reacción proporciona oxalato de dimelamina.

10 7.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque la fuente de ácido inorgánico es polifosfato amónico.

8.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la fuente de carbono se elige entre almidones, alcoholes polihídricos y azúcares.

15 9.- Procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado porque la fuente de carbono es dipentaeritritol.

10.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la relación de aglutinante resinoso a aditivos intumescientes en total es de 75:25 a 40:60 en peso.

20 11.- Procedimiento según la reivindicación 10, caracterizado porque la relación de fosfato total a fuente de carbono más agente expansionante es de 85:15 a 30:70 y la relación de fuente de carbono a agente expansionante es de 90:10 a 10:90.

25 12.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el aglutinante resinoso es una solución de una resina de poliéster insaturado en un monómero insaturado.

30 13.- Procedimiento según la reivindicación 12, caracterizado porque el monómero es estireno.

14.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 12 o 13, caracterizado porque el poliéster insaturado se plastifica por medio de una resina de poliéster insaturado plastificante.

5. 15.- Procedimiento según la reivindicación 14, caracterizado porque la resina plastificante contiene unidades derivadas de ácidos alifáticos dibásicos de cadena larga o de polioles de cadena larga.


10 16.- Procedimiento según la reivindicación 14 ó 15, caracterizado porque la resina plastificante contiene unidades derivadas de al menos uno de los ácidos adípico, azelaicc, se báico y linoleico y dietilenglicol, trietilenglicol, 1,6-hexanodiol y aceite de ricino.

15 17.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, caracterizado porque para preparar un sistema de pintura de aglutinante resinoso es una solución que contiene otros aditivos.

20 18.- Procedimiento según la reivindicación 17, caracterizado porque el aglutinante resinoso es una resina alquídica de secado al aire.

19.- Procedimiento según la reivindicación 17, caracterizado porque el aglutinante resinoso es una composición de cochuración alquídica/amídica.

25 20.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la resina contiene de 10 a 40% de halógeno químicamente combinado.

 21.- Procedimiento para preparar una composición intumescente, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 21 hojas escritas a máquina
por una sola cara.

18 FEB. 1979
Madrid,

BRITISH INDUSTRIAL PLASTICS LIMITED

J. M. GOMEZ ACEBO Y POMBO
P. P. Firmador Suarez Diaz

