

## **FIBRAS DE REFUERZO EN PINTURAS Y RECUBRIMIENTOS**

### **Parte III. Pinturas intumescentes híbridas para la protección de la madera contra la acción del fuego\***

**Carlos A. Giudice**

**UTN (Universidad Tecnológica Nacional), Calle 60 y 124,  
La Plata, Argentina**

**E-mail: cagiudice@yahoo.com**

#### **1. INTRODUCCIÓN**

El fuego es una manifestación energética que acompaña constantemente a la actividad humana, por lo que debe asumirse el riesgo emergente. El fuego desarrolla reacciones químicas fuertemente exotérmicas, iniciándose cuando comburente y combustible se encuentran en un estado energético suficiente (energía de activación).

El combustible incluye sustancias que no se encuentran en su estado máximo de oxidación; en general cualquier material que contiene carbono y/o hidrógeno puede oxidarse y por lo tanto resulta combustible.

El comburente más importante es el aire, el que está compuesto aproximadamente en su quinta parte por oxígeno; durante la combustión los restantes componentes permanecen inalterados (excepto a temperaturas muy elevadas) y acompañan a los productos de la combustión en los humos.

Parte de la energía desprendida en la reacción se disipa generando un incremento de la temperatura del medio y la restante se transfiere a los productos de la reacción aportando la energía de activación para que el proceso continúe; si esta no es suficiente, la combustión se detiene.

Teniendo en cuenta la tecnología actual en el campo de las pinturas y recubrimientos, es importante mencionar el concepto genérico de “protección pasiva contra el fuego”; este método presenta una eficiencia independiente de la actividad humana.

Los estudios de investigación y desarrollo resultan así significativos con el objeto de disminuir la combustibilidad de los materiales y la velocidad de propagación del frente de llama como así también mantener durante la conflagración las propiedades mecánicas de las estructuras basadas en materiales no combustibles. El diseño de las construcciones y los materiales seleccionados desempeñan un rol también de elevada importancia.

Los esfuerzos para disminuir la inflamabilidad de los materiales y de la madera en particular, se remontan a épocas muy antiguas. Sin embargo, el conocimiento de la fisicoquímica de la combustión ha permitido recién en las últimas décadas el desarrollo de productos y medios de defensa eficaces para evitar la no deseada evolución a la que espontáneamente tienden los materiales combustibles.

El citado incremento del nivel científico-tecnológico ha permitido redactar especificaciones y normas vinculadas al control de la inflamabilidad.

En función de lo anteriormente citado, se definió como objetivo fundamental del presente trabajo diseñar pinturas intumescentes que le otorguen a la madera resistencia frente a la acción del fuego.

## 2. FORMULACIÓN Y PREPARACIÓN DE LAS PINTURAS INTUMESCENTES

Entre los pigmentos activos se seleccionó dipentaeritritol como proveedor de carbono (solubilidad a 20 °C, 4,05 g/100 ml), polifosfato de amonio como agente catalizador (polvo blanco; 30,2% de fósforo y 14,5% de nitrógeno; solubilidad en agua a 20 °C, 0,18 g/100 ml) y melamina como generador de gases (temperatura de descomposición aproximada, 130 °C; solubilidad a 20 °C, 0,32 g/100 ml).

Para este trabajo se seleccionaron como pigmentos retardantes del fuego hidróxido de magnesio nano-particulado (contenido de MgO, 97,5%; diámetro medio, 78 nm) y alúmina trihidratada (polvo cristalino granulado; diámetro medio, 0,65 µm). Ambos compuestos inorgánicos tienen un elevado porcentaje de agua de hidratación; en este trabajo se empleó una combinación de hidróxido de magnesio y alúmina trihidratada en relación 1,0/1,0 en volumen.

Estos sistemas híbridos se formularon y elaboraron con fibras de refuerzo de diferentes características físicas y químicas (relación mínima largo/promedio de la dimensión transversal, 10/1; dimensión transversal no superior a los 250 µm). Las formulaciones incluyeron fibras de vidrio, grafito, aramida y alúmina en su composición, en un nivel porcentual sobre película seca del 3% v/v.

Además, se empleó dióxido de titanio, variedad rutilo (polvo blanco muy fino; diámetro medio, 0,25 µm) como pigmento opaco.

Para estas experiencias se seleccionaron una resina vinílica homopolimérica (cloruro-acetato de polivinilo), una epoxídica (base epoxídica con endurecedor poliamínico) y una fenólica (tipo resol modificada) como materiales formadores de película.

Para el presente trabajo, se decidió formular las pinturas intumescentes con una PVC del 62%, lo cual implica un valor ligeramente inferior a la CPVC correspondiente; esto se fundamenta en el hecho de que el grado de intumescencia es directamente proporcional al nivel porcentual de pigmento en la película seca según las conclusiones alcanzadas en trabajos previos.

En este caso, los valores de las CPVC fueron estimados por el método de Gardner; en todos los casos se ajustó la tensión superficial de los vehículos a 38 dina.cm<sup>-1</sup> con el fin de obtener similares CPVC (entre 64 y 68%). La formulación tipo de las pinturas intumesciente se presenta en la Tabla 1.

La fabricación de las pinturas se llevó a cabo en un molino discontinuo de alta velocidad (Tabla 2), provisto de una doble camisa para controlar la temperatura durante la dispersión de los pigmentos, según las reglas del arte en la materia.

## 3. PREPARACIÓN DE LOS PANELES

Los paneles de madera, seleccionados sin imperfecciones, fueron estacionados en ambiente de laboratorio durante 6 meses hasta alcanzar la humedad de equilibrio y posteriormente lijados para homogeneizar la absorción de los productos a aplicar.

Luego, los citados paneles fueron pintados con los productos intumescentes experimentales con pincel alcanzando aproximadamente 280-300 µm de espesor de película seca en tres capas (48 horas de intervalo entre ellas).

En todos los casos, y con el fin de asegurar el curado de las películas para ensayo, las probetas fueron mantenidas en condiciones de laboratorio controladas ( $25\pm 2$  °C y  $65\pm 5\%$  de humedad relativa) durante diez días.

**Tabla 1. Composición de las pinturas retardantes de fuego\***

<b>Componentes</b>	<b>Porcentaje v/v</b>
<b>Polifosfato de amonio</b>	<b>44,2</b>
<b>Pentaeritritol</b>	<b>16,8</b>
<b>Melamina</b>	<b>15,0</b>
<b>Dióxido de titanio, rutilo</b>	<b>6,8</b>
<b>Hidróxido de magnesio, nano-polvo</b>	<b>3,7</b>
<b>Alúmina trihidratada, polvo micronizado</b>	<b>3,7</b>
<b>Aditivos dispersantes y reológicos</b>	<b>6,8</b>
<b>Fibras de refuerzo</b>	<b>3,0</b>
<b>Material formador de película (sólidos)</b>	<b>100,0</b>

*\*Las muestras fueron formuladas con una PVC de 62,0%*

**Tabla 2. Características del dispersor de alta velocidad**

<b>Capacidad total</b>	<b>2400 ml</b>
<b>Relación altura/diámetro</b>	<b>2,07</b>
<b>Relación diámetro de la cuba/diámetro de la paleta</b>	<b>1,93</b>
<b>Relación diámetro de la cuba/elevación de la paleta</b>	<b>3,2</b>
<b>Tipo de paleta: turbina</b>	<b>6</b>
<b>Velocidad de rotación de la paleta</b>	<b>1400 rpm</b>

#### **4. PARTE EXPERIMENTAL**

- **Conductividad térmica:** La determinación se llevó a cabo empleando la ley de Fourier; esta ley afirma que el flujo térmico H (expresado en términos de energía por unidad de tiempo) es directamente proporcional al área transversal a la dirección del flujo S y al

gradiente de temperatura  $\Delta T$  entre ambas caras del sistema en estudio (grados centígrados por unidad de longitud  $L$  recorrido por la energía). La constante de proporcionalidad es la conductividad térmica  $K$ . Para sistemas con varias placas o láminas superpuestas la ley de Fourier se expresa de la siguiente forma  $H = S \Delta T / \sum(L / K)$ .

Los paneles de madera se ensayaron con los tratamientos protectores diseñados, intumescidos y termostatizados a temperatura ambiente.

La temperatura de las caras con las pinturas en estudio se fijó en 100 °C (vapor de agua en ebullición a presión atmosférica normal) y la restante en 56,2 °C (temperatura a la que destila la acetona, la cual se dispuso en un recipiente de vidrio provisto de un refrigerante). La cantidad de esta última condensada en términos máxicos, determinada por el producto del volumen destilado y su densidad (0,791 g.cm<sup>-3</sup>), multiplicada por el calor latente de ebullición (524.10<sup>3</sup> Joule.kg<sup>-1</sup>) y dividida por el tiempo transcurrido, permitió calcular el flujo térmico  $H$ .

Los sistemas estudiados presentaron en ambas caras una sección de flujo de 4 cm<sup>2</sup>; los bordes fueron aislados térmicamente con amianto para evitar la disipación lateral del calor.

Determinado el valor de  $H$  y conocidos la sección  $S$ , la diferencia de temperatura  $\Delta T$ , la duración de la experiencia y el espesor de cada material que conformaba el sistema estudiado se calculó la conductividad térmica  $K$  de la película de pintura intumescida con la expresión antes mencionada.

- **Avance de llama AL:** Este ensayo se llevó a cabo en el Túnel Inclinado; la ecuación  $AL = L_s - L_a$  permitió calcular el avance de llama, donde  $L_s$  y  $L_a$  son los promedios de los tres avances de llama observados respectivamente en los paneles pintados y en un panel de cemento-asbesto desnudo seleccionado como referencia (distancia debida a la reflexión de la llama, 55 mm); se calculó el promedio de los tres valores consecutivos más altos del avance de llama, medidos con intervalos de 15 segundos, de acuerdo a la Norma ASTM D 3806. El ensayo en este equipo se llevó a cabo sobre paneles de madera (*Araucaria angustifolia*, 610 x 100 x 10 mm).

- **Índice de Oxígeno, OI:** Para esta experiencia, las probetas de madera (*Araucaria angustifolia*, 150 x 10 x 10 mm) fueron colocadas en posición vertical en el centro de la columna, con la parte superior a 100 mm por debajo del borde abierto de la misma. Posteriormente, las válvulas fueron reguladas para lograr una velocidad de flujo de 3,2 cm.s<sup>-1</sup>; el sistema se purgó de la manera descrita durante 30 segundos. La parte superior del panel de ensayo fue encendida, determinando la concentración crítica de oxígeno que mantuvo la combustión en condiciones de equilibrio. El ensayo fue realizado por triplicado, según los lineamientos de la Norma ASTM D2863.

- **Resistencia a la llama intermitente de un mechero Bunsen, RIB (Cámara Horizontal-Vertical UL 94):** El objetivo consistió en determinar el comportamiento a la llama intermitente de probetas de *Araucaria angustifolia*, en forma de prisma rectangular de 200 x 100 x 10 mm. Las determinaciones se implementaron por triplicado.

La probetas fueron sostenidas por una agarradera desde el extremo superior, dispuestas de tal manera que su eje longitudinal presente una inclinación de 45° con respecto al plano de apoyo, mientras que su eje transversal se mantuvo en posición paralela a este último (horizontal).

El ensayo se llevó a cabo en la citada cámara para evitar corrientes de aire; este consistió en someter el frente inferior de la probeta a la acción intermitente de la llama de un mechero Bunsen dispuesto verticalmente. La llama se ajustó de manera de alcanzar 10 mm de altura

del cono azul y el orificio de salida del mechero se dispuso a 15 mm de la superficie en examen.

El panel pintado, dispuesto en la posición mencionada, se somete a la acción de la llama por 20 segundos, con períodos de descanso de 10 segundos. El ciclo de exposición a la llama / reposo se repite hasta que la llama persista en la superficie por lo menos 5 segundos después de retirar el mechero. Cuando el número de ciclos con comportamiento autoextinguible alcanza el valor 30 (etapa A), la acción de la llama se extiende a 50 segundos con 10 segundos de reposo (etapa B). Si el sistema persiste comportándose como autoextinguible, se continúa después con otros 35 ciclos manteniendo la incidencia de la llama de manera constante sobre el sustrato (etapa C) hasta 30 minutos como máximo.

El número de ciclos con un comportamiento autoextinguible se califica con 1 y 2 puntos para las etapas A y B respectivamente y con 5 puntos para cada minuto correspondiente a la etapa C. Luego se calcula el puntaje para cada panel y se promedian los tres valores para la calificación y clasificación según lo indicado en la Tabla 3.

**Tabla 3. Calificación y clasificación de las probetas impregnadas**

Valor medio	Calificación	Clasificación
200 a 250	Aprobado	Clase A
150 a 199	Aprobado	Clase B
100 a 149	No aprobado	Clase C
99 o menos	No aprobado	Clase D

## 5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Los resultados que presentaron las pinturas en los diferentes ensayos se incluyeron en la Tabla 4. Para analizar el comportamiento de las pinturas ensayadas contra la acción del fuego se fijaron valores numéricos correspondientes a los diferentes ensayos realizados. Los valores 0 y 10 fueron asignados respectivamente para los resultados 0,123 y 0,020  $W.m^{-1}.K^{-1}$  en el ensayo de conductividad térmica; para 555 y 0 mm de avance neto en el Túnel Inclinado; para 16 y  $\geq 50\%$  obtenidos en la Cámara OI y finalmente para 15 y 250 para el RIB en la Cabina UL 94; en todos los casos fueron considerados valores intermedios. Por último, fueron calculados los valores promedio de los ensayos realizados.

En una última etapa de la interpretación estadística los valores de todos los ensayos fueron promediados para obtener un resultado global de comportamiento frente al fuego. Los resultados están incluidos en la Tabla 5.

## 6. CONCLUSIONES GENERALES

- Se formularon pinturas retardantes de fuego, con características intumescentes, de excelente performance en los ensayos de Conductividad térmica CT, en el Túnel Inclinado (Avance de llama), en la Cabina OI (Índice de Oxígeno) y en la Cámara Horizontal-Vertical UL 94 (Resistencia a la llama intermitente de un mechero Bunsen).
- Con respecto a las fibras de refuerzo, las formulaciones híbridas presentaron un significativo mejor comportamiento relativo que las diseñadas sin fibras de refuerzo (pinturas de referencia). Cabe mencionar que la mejor performance, en general (depende

significativamente del tipo de material polimérico) fue presentada por las pinturas con fibras de alúmina, grafito, aramida y vidrio en su composición, en ese orden.

- También se estableció una diferencia de comportamiento entre los materiales formadores de película: la mejor respuesta (performance frente a la acción del fuego) fue alcanzada por la resina fenólica, seguida por la vinílica y finalmente la epoxídica, en ese orden.

## 6. AGRADECIMIENTOS

El autor agradece a las autoridades de la Facultad Regional La Plata de la Universidad Tecnológica Nacional y a la Comisión Directiva de ATIPAT (Asociación Tecnológica Iberoamericana de Pinturas, Adhesivos y Tintas) por el apoyo brindado para la preparación de este trabajo.

**Tabla 4. Resultados de las pinturas aplicadas sobre madera**

TIPO DE PINTURA	CT, W . m <sup>-1</sup> . K <sup>-1</sup>	AL, mm	OI, %	RIB
Resina vinílica, sin fibras	0,031	127	41	205
Resina vinílica, con fibras de grafito	0,030	102	46	230
Resina vinílica, con fibras de vidrio	0,029	85	48	240
Resina vinílica, con fibras de aramida	0,027	88	48	235
Resina vinílica, con fibras de alúmina	0,033	59	>50	250
Resina epoxídica, sin fibras	0,033	154	38	165
Resina epoxídica, con fibras de grafito	0,028	127	44	220
Resina epoxídica, con fibras de vidrio	0,027	167	34	155
Resina epoxídica, con fibras de aramida	0,026	138	37	190
Resina epoxídica, con fibras de alúmina	0,038	94	45	235
Resina fenólica, sin fibras	0,026	98	44	210
Resina fenólica, con fibras de grafito	0,022	72	49	245
Resina fenólica, con fibras de vidrio	0,022	60	>50	250
Resina fenólica, con fibras de aramida	0,020	83	47	235
Resina fenólica, con fibras de alúmina	0,032	55	>50	250
Madera sin tratamiento	0,123	555	16	15

**Tabla 5. Resultados estadísticos**

<b>Fibras de refuerzo</b>	<b>Valor medio</b>
Sin fibras	8,2
Alúmina	9,4
Vidrio	8,8
Aramida	8,9
Grafito	9,2

<b>Material formador de película</b>	<b>Valor medio</b>
Resina fenólica	9,5
Resina vinílica	9,2
Resina epoxídica	8,0