

306116

3 FEB. 1965

P.- 7.979

A 80.593

BL. U.S. 324.578/340487

WJR ( WMP )



MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

d e

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

formulada el 17 de Noviembre de 1.964, con el núm. 306.116

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de SCOTT PAPER COMPANY, entidad norteamericana, establecida en International Airport, Filadelfia, Pensilvania, Estados Unidos de América, por:

"UN PROCEDIMIENTO DE RETICULAR MATERIAL DE ESPONJA POLIMERO ORGANICO."

Esta invención se refiere a un tratamiento de materiales esponjosos; esta invención se refiere, más en particular, a un tratamiento a temperatura elevada de materiales esponjosos poliméricos, orgánicos, que efectúa cambios inesperados en la estructura esponjosa, tales como reticulación, vidriado, mejora de propiedades, etc.

Los métodos de tratamiento de cuerpos esponjosos han estado limitados, generalmente, por alternativas. Por ejemplo, mientras que un tratamiento de hidrólisis para eliminar los tabiques ( "reticular" o "eliminar las membranas" ) de



las esponjas de poliuretano, es la aproximación más factible hasta ahora para eliminar los tabiques de los materiales esponjosos de poliuretano, éste ha presentado problemas en el área de las operaciones de tratamiento subsiguientes, tales como pérdidas de los recortes, neutralización del agente de hidrólisis y secado de la esponja. Adicionalmente, este método no es eficaz para reticular esponjas químicamente más inertes, tales como esponjas de polivinilo.

Otro problema del procedimiento de hidrólisis ha sido la necesidad de una maquinaria cara. Todavía otro problema ha sido la limitación de tamaño o de forma, que es inherente a las limitaciones económicas de operar con hidrólisis.

Otros métodos de reticulación han sido descritos también en la técnica, conociéndose, por ejemplo, la descomposición oxidante de las membranas de poliuretano por medio del ozono. Sin embargo, este método es lento y el producto carece de uniformidad, especialmente debido a que el ozono es difícil de introducir en el interior de la esponja y, también, debido a que el ozono reacciona lentamente con los poliuretanos, requiriéndose frecuentemente líquidos para aumentar la velocidad de reacción.

De acuerdo con la presente invención, se proporciona un procedimiento de reticular un material esponjoso polimérico orgánico, caracterizado por que dicho material de esponja se impregna con una mezcla gaseosa explosiva, haciendo explotar dicha mezcla de gas y propagando una llama en dicho material esponjoso.

Se ha descubierto ahora que los cuerpos esponjosos pueden ser eficazmente desprovistos de los tabiques mediante un frente de llama generado por una mezcla gaseosa explosiva



particular.

Adicionalmente, se ha descubierto que ciertos líquidos convertidos en vapores explosivos pueden ser utilizados también para efectuar la eliminación de los tabiques de los cuerpos esponjosos por explosión.

Una realización ilustrativa pero no limitativa del procedimiento de esta invención, se muestra en los dibujos que se acompañan, en los cuales:

La Figura 1 es una representación del aparato utilizado para llevar a efecto la reticulación;

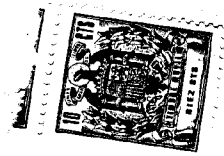
La Figura 2 es un diagrama ternario de oxígeno, acetileno y nitrógeno, que representa una curva envolvente ABC que abarca diversas composiciones de las mezclas que han resultado reticular la esponja de poliuretano.

La Figura 3 es un diagrama ternario de oxígeno, propano y nitrógeno que representa una curva envolvente XYZ que abarca diversas composiciones de las mezclas que han resultado reticular la esponja de poliuretano;

La Figura 4 es un diagrama ternario de oxígeno, acetileno y nitrógeno que describe curvas envolventes A'B'C'; A'D'E'; A'F G'; HJK y IMN que abarcan diversas composiciones de las mezclas que han resultado reticular la esponja de poliuretano en condiciones de pérdida de peso controlables.

En otro aspecto de esta invención, se ha descubierto que el tratamiento por explosión de un material esponjoso produce un vidriado de la superficie de los filamentos de la esponja.

No solamente las esponjas de poliuretano descritas por este método exhiben esta característica de superficie, sino que las esponjas previamente reticuladas por hidrólisis, cuan-



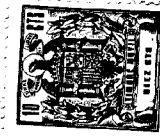
do se tratam por el presente método, proporcionan una red de filamentos de superficie vidriada.

5 Muchos de los términos utilizados en la técnica de las esponjas han adquirido cierto significado. Para mejor entender estos términos que se repiten, se incluye la siguiente descripción de la naturaleza física de la esponja.

10 Una esponja de poliuretano es una estructura preparada por reacción de un diisocianato con un material polihidroxiado denominado una resina. Generalmente, las resinas se clasifican como poliéteres, o poliésteres, dependiendo de su naturaleza química. Existen otros tipos de esponjas de poliuretano menos utilizadas clasificadas según la naturaleza de la resina. Estas mezclas de resinas líquidas se convierten en esponjas por generación de  $\text{CO}_2$  mediante reacción del agua con el isocianato, o mediante una vaporización de un líquido volátil por el calor de reacción.

15 En la técnica de las esponjas se entiende, generalmente, que una esponja de celda abierta es una esponja en la que la mayoría, pero no todas las caras de las unidades estructurales poliédricas denominadas celdas, que forman la estructura de la esponja, están cubiertas por una membrana delgada y diáfana. En los poliuretanos, los poliedros son, generalmente, de forma dodecaédrica con facetas pentagonales. Aunque la forma de doce caras es la más común dentro de cualquier poliuretano esponjoso, se encontrarán celdas de diversas formas.

25 Por lo general, las celdas conglomeradas estarán interconectadas, aunque la permeabilidad de cualquier fluido es baja cuando se compara con una esponja reticulada. El estimado así como el cizallamiento de la esponja que contiene mem



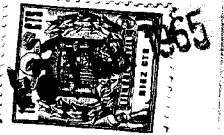
branas, provocará una ruptura en la unión más débil de la esponja, es decir, en una membrana. Esta ruptura se propaga fácilmente a través de la esponja. Si las membranas están ausentes, el cuerpo esponjoso actúa como una red, o banda, distribuyéndose más uniformemente las fuerzas de desgarre o tracción a través del cuerpo esponjoso.

Aunque las esponjas de poliuretano reticuladas por hidrólisis anteriormente mencionadas, son similares en muchos aspectos a las presentes esponjas de poliuretano reticuladas mediante llama o por explosión, algunas de las propiedades exhibidas por estas últimas son diferentes.

Por ejemplo, la red de filamentos y los dodecaedros exentos de membranas son los mismos; sin embargo, los filamentos vidriados, explosivos anteriormente mencionados, son peculiares de las esponjas de poliuretano reticuladas con llama.

De manera similar, la eliminación de las membranas por ambos métodos mejora las características de tracción, alargamiento y desgarre de las esponjas de poliuretano, pero, asimismo, las propiedades mejoradas son más pronunciadas para el mismo tipo de esponja en el producto reticulado por llama o por explosión. Otras similitudes son la pérdida de peso y la resistencia al hinchamiento por los disolventes. Asimismo, las esponjas reticuladas por hidrólisis tienden a exhibir una pérdida de peso más elevada, mientras que las esponjas reticuladas por explosión pierden menos peso en el proceso de eliminación de los tabiques o membranas.

Para superar la debilidad arriba mencionada en una estructura de esponja polimérica orgánica, ha sido necesario un procedimiento para fabricar un producto esponjoso más a-



decuado para las operaciones de filtración, humidificación, enfriamiento de aire, etc. La presente invención responde a estas necesidades con nuevos procesos y nuevos productos.

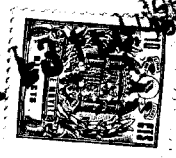
5 Aunque no se conoce cual sea la causa o la fuerza responsable del efecto de eliminación de los tabiques durante la explosión, esta invención está dirigida hacia el efecto beneficioso logrado provocando una propagación de llama de una mezcla de gas explosiva en un cuerpo esponjoso.

10 La invención descrita aquí, se lleva a cabo mediante un procedimiento para reticular esponjas poliméricas, orgánicas, de celda abierta, que comprende las operaciones de:

15 (a) introducir en una zona de confinamiento de gas una mezcla de gas que contiene oxígeno y un gas explosivamente combustible en contacto con oxígeno; (b) impregnar el material esponjoso con dicha composición gaseosa durante un tiempo suficiente para asegurar una distribución de una cantidad suficiente de la mezcla gaseosa en el material esponjoso; (c) inflamar la mezcla gaseosa para obtener una propagación de llama a través de todo el material esponjoso; y (d) separar un material esponjoso reticulado. En general, la esponja anterior contendrá desde aproximadamente 2 hasta aproximadamente 20 49 ppc ( poros por centímetro ); en la realización preferida, de aproximadamente 4 a aproximadamente 40 ppc; o, en la realización más preferida, de 4 a 18 ppc.

25 En otro aspecto, esta invención se lleva a cabo mediante un procedimiento para eliminar los tabiques de un material esponjoso de poliuretano que tiene celdas que se comunican parcialmente, que comprende las operaciones de (a) introducir en una zona de confinamiento de gas que contiene el material esponjoso, una mezcla de gas que contiene oxígeno y

30



un gas explosivamente combustible en contacto con oxígeno;  
(b) impregnar el material esponjoso con dicha composición  
gaseosa durante un tiempo suficiente para asegurar una dis-  
tribución de una cantidad suficiente de la mezcla gaseosa  
5 en el material esponjoso; (c) inflamar la mezcla gaseosa pa-  
ra obtener una propagación de llama a través de todo el ma-  
terial esponjoso; y (d) separar un material esponjoso reti-  
culado. En general, la esponja anterior contendrá desde a-  
proximadamente 2 hasta aproximadamente 49 ppc ( poros por  
10 centímetro ); en la realización preferida, de aproximadamen-  
te 4 a aproximadamente 40 ppc; o, en la realización más pre-  
ferida, de 4 a 18 ppc.

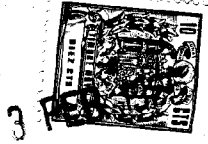
En otro aspecto, esta invención se lleva a cabo median-  
te un procedimiento para eliminar los tabiques de un material  
15 esponjoso de poliuretano que tiene celdas que se comunican  
parcialmente, que comprende las operaciones de (a) introducir  
en una zona de confinamiento de gas que contiene el material  
esponjoso, una mezcla de gas que contiene oxígeno y un gas  
explosivamente combustible en contacto con oxígeno; (b) im-  
20 pregnar el material esponjoso con dicha composición de gas  
durante un tiempo suficiente para asegurar una distribución  
de una cantidad suficiente de la mezcla gaseosa en el material  
esponjoso; (c) inflamar la mezcla gaseosa para obtener una  
propagación de llama a través de todo el material esponjoso;  
25 y (d) separar un material esponjoso reticulado.

En un aspecto adicional, esta invención ha sido lleva-  
da a cabo por un procedimiento de preparar cuerpos esponjosos  
poliméricos, orgánicos, reticulados, que tienen una red de fi-  
30 lamentos tridimensional unidos por los puntos de nexo, en la  
que los filamentos definen las caras poligonales de un polie-



dro elemental de esponja, teniendo dicho poliedro una mayoría de caras definidas por dicha red de filamentos, y una cara membranosa unitaria unida a los filamentos definidores, estando dichos poliédros individuales unidos entre sí mediante los nexos comunes y los filamentos que componen el cuerpo esponjoso, en los que las caras exentas de membranas están en comunicación abierta con otras caras abiertas de las celdas, comprendiendo el procedimiento las operaciones de: (a) impregnar una zona de confinamiento de cuerpo esponjoso y gas mediante la introducción en dicha zona de una mezcla de gas que contiene oxígeno y un gas explosivamente combustible en contacto con oxígeno, estando la cantidad de oxígeno en la mezcla por lo menos en exceso de la cantidad de oxígeno introducida en la mezcla en forma de aire; (b) amasar dicho material esponjoso para asegurar una distribución adicional de dicha mezcla de gas explosiva; (c) inflamar la mezcla de gas para obtener una propagación de llama en el material esponjoso; (d) separar un material esponjoso reticulado y (e) someter repetidamente el material esponjoso a dicho tratamiento explosivo.

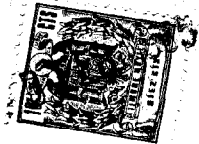
En otro aspecto todavía, esta invención ha sido llevada a cabo por un procedimiento para producir un cuerpo esponjoso exento de membranas, que comprende las operaciones de (a) evacuar una zona de confinamiento de gas, que contiene cuerpo esponjoso; (b) introducir en la zona de confinamiento de gas un combustible líquido sin poner dicho combustible líquido en contacto con dicho cuerpo esponjoso, caracterizándose dicho líquido por una presión de vapor elevada en condiciones normales; (c) mantener la temperatura en la zona confinada a un nivel adecuado para el cual la presión de vapor



del combustible líquido sea suficiente para permitir que el combustible exista en fase gaseosa y forme una mezcla explosiva en presencia de oxígeno; (d) introducir una mezcla de gas que contiene oxígeno en dicha zona de confinamiento de gas; (e) impregnar dicho cuerpo esponjoso con el gas que contiene oxígeno y con el vapor procedente del líquido en evaporación; (f) inflamar dicha mezcla combustible; y (g) separar el material esponjoso.

El nuevo aspecto de controlar la reticulación se logra mediante el procedimiento anterior, en el cual dicho líquido está seleccionado de por lo menos un miembro del grupo consistente en éteres de alcohol inferior de 1 a 4 átomos de carbono, teniendo por lo menos uno de los alcoholos 2 átomos de carbono cuando el otro alcoholo es  $-CH_3$ , alcoholes alcohólicos inferiores de 1 a 4 átomos de carbono, caracterizándose dichos compuestos, además, por las presiones de vapor elevadas en condiciones normales. Una reticulación satisfactoria se caracteriza por el hecho de que las membranas diafanas de dicho material esponjoso están ausentes del producto final en las zonas del efecto explosivo.

La invención se logra, específicamente, mediante un procedimiento para reticular espuma de poliuretano que comprende las operaciones de : (a) evacuar una zona de confinamiento de gas que contiene material de poliuretano; (b) introducir en la zona de confinamiento de gas evacuada una mezcla explosiva de oxígeno, nitrógeno y acetileno en la gama definida aproximadamente por el área que cae bajo la curva envolvente ABC de la figura 2 de los dibujos; (c) inflamar la mezcla de gas confinada y (d) separar una esponja de poliuretano reticulada.



Um aspecto específico de la invención es la reticulación controlada de la esponja de poliuretano en la que la mezcla gaseosa explosiva de oxígeno, nitrógeno y acetileno, se encuentra en los márgenes definidos aproximadamente por el área que cae bajo las curvas A'B'C'; A<sup>1</sup>D<sup>1</sup>E; AFG<sup>1</sup>; HJK y LMN de la figura 4 de los dibujos.

Otro aspecto específico de la invención se logra mediante un procedimiento para reticular esponja de poliuretano que comprende las operaciones de: (a) evacuar una zona de confinamiento de gas que contiene material de poliuretano; (b) introducir en la zona de confinamiento de gas evacuada una mezcla explosiva de oxígeno, nitrógeno y propano en el margen definido aproximadamente por el área que cae bajo la curva envolvente XYZ de la figura 3 de los dibujos; (c) inflamar la mezcla de gas confinada; (d) separar un material de poliuretano reticulado.

Otros aspectos de la invención realizada resultarán evidentes de los ejemplos y de la exposición que se hace en ellos.

Com el fin de ayudar a la interconexión de las celdas, las membranas pueden ser también rotas mecánicamente sin suprimirlas, tal como estrujando o hinchando la esponja en un disolvente y rompiendo, seguidamente, la esponja debilitada. Se pueden utilizar todavía otros métodos para la rotura de las membranas (sin ser suprimidas del cuerpo esponjoso), pero esta operación tiene, generalmente, la finalidad de permitir una fácil permeabilidad de la mezcla de gas explosiva.

Como se ha ilustrado arriba, son utilizables diversos gases como fuerza explosiva (combustión). El acetileno y el propano son los gases preferidos. Otros gases apropiados para



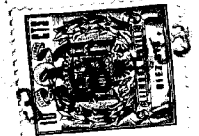
el presente procedimiento están seleccionados de por lo me-  
nos un miembro del grupo del metano, etano, butano, etileno  
-en general los que presentan el grupo hidrocarbonado- así  
como el acetileno y el propano arriba mencionados. Otros ma-  
5 teriales utilizables en la reacción son el hidrógeno, el é-  
ter metílico, y los líquidos tales como el éter metilético,  
los éteres alcohólicos de bajo punto de ebullición, y los al-  
coholes tales como el alcohol metílico, etílico e isopropi-  
lico.

10 No se conoce el mecanismo de las variaciones que se e-  
fectúan en el material esponjoso. Se pueden proponer muchas  
explicaciones, pero la siguiente se indica para una fácil vi-  
sualización del proceso.

Se cree que la llama de temperatura elevada provoca la  
15 reticulación por calentamiento de todas las membranas que tie-  
nen una elevada relación de superficie a masa. Se cree que  
el calentamiento de la membrana tiene lugar por encima de la  
temperatura a la cual se despolimeriza el poliuretano, vapo-  
rizándose de este modo las membranas. Los filamentos que tie-  
20 nen una baja relación de superficie a masa no son calentados  
lo suficiente por el rápido movimiento del frente de llama  
para provocar un daño importante; sin embargo, los filamentos  
pierden algo de material como lo demuestran los resultados  
del tratamiento con explosiones múltiples (véase ejemplo 20).

25 Parece ser que la reticulación es debida al efecto térmico.

Dos observaciones parecen conducir a esta conclusión.  
La primera, que la energía térmica es más que suficiente pa-  
ra provocar la reticulación, siendo esta energía transferida  
eficazmente a la esponja como lo demuestra la pérdida de peso  
de los filamentos en el tratamiento por explosiones múltiples



de las esponjas reticuladas por completo o por hidrólisis. La segunda es que una porción dada de un bloque de esponja es reticulada substancialmente por completo, lo que indica que un frente de llama ha pasado a su través, o bien permanece inalterada. Las zonas no reticuladas en una esponja par-  
5 parcialmente reticulada, permanecen generalmente completamente inalteradas; en una zona reticulada no aparecen membranas aisladas.

Al mismo tiempo parece ser que no se ha encontrado nin-  
10 guna combinación de llama producida por combustible y por aire, que no requiera cierto enriquecimiento con oxígeno para reticular la esponja. Por esta razón, la cantidad mínima de oxígeno debe ser por lo menos, aproximadamente la cantidad introducida por el aire al menos en la mezcla de combustible  
15 -aire de tres componentes. Al mismo tiempo que la exposición anterior indica solamente una teoría, se considera que es solamente ilustrativa y que no trata de limitar la invención real.

Esta dificultad de la propagación de la llama y la ne-  
20 cesidad de mezclas que tengan una elevada velocidad de llama, conduce a que la combustión vaya acompañada de un considerable ruido. Todas las composiciones gaseosas satisfactorias parecen haber tenido una velocidad de llama mayor que la velocidad del sonido en el aire y, por ello generan una violenta  
25 detonación o un penetrante estampido.

Procedimiento

En la figura 1 se ilustra una disposición del aparato experimental utilizado. El gas inflamable, el oxígeno y el nitrógeno fueron obtenidos de las botellas 26, 24 y 22, res-  
30 pectivamente. La presión de descarga de los gases fué ajus-



tada a 0,35 kg/cm<sup>2</sup> manométricos, mediante los reguladores 25, 23 y 21. Abriendo las válvulas de cierre 8, 9 y 10, se obtuvo una mezcla gaseosa de la composición deseada; seguidamente, se ajustaron las válvulas de regulación 2, 4 y 6, de tal modo que los rotámetros 1, 3 y 5 indicaran las velocidades deseadas.

Los gases se combinaron en la cámara de mezcla 28 (un cruce de tubería de 6,35 mm) y se descargaron a la atmósfera a través de una válvula de retención de charnela 7, que se abría a una presión de aproximadamente 0,0035 kg/cm<sup>2</sup> manométricos. En la conducción de gas inflamable se instaló un parallamas 11 para evitar cualquier posibilidad de que se produjera un retroceso de llama.

La tubería de vacío 27 fué conectada al tubo de evacuación 12 a través de la válvula de cierre 13. La presión en el interior de la tubería de vacío estaba indicada por el manómetro de mercurio 20. Dentro del conjunto de tubería de vacío estaba montada una bujía de automovil 16 alimentada por una bobina de ignición 18, para proporcionar una fuente de ignición del gas. La válvula de cierre 19 permitía pasar a la mezcla de gas al interior del conjunto de tubería de vacío según era necesario, mientras que la válvula de cierre 17 estaba presente en la conducción del manómetro para proteger el manómetro contra los aumentos bruscos de presión.

El bloque de esponja a tratar 15, de un tamaño de 76 x 152 x 152 mm, estaba colocado en la bolsa de polietileno 14, cuyo cuello estaba envuelto ajustadamente alrededor de la tubería de vacío 27 y atado con alambre en posición, para obtener un cierre hermético a los gases. Con el tubo de



escape del agua en funcionamiento, se abrió la Válvula 13 y se evacuó el aire del interior del conjunto del tubo de vacío, incluido el del bloque de esponja, hasta una presión absoluta de unos 76,2 mm de mercurio. Seguidamente, se cerró la válvula 13. La mezcla de gas preseleccionada fué obtenida ajustando la circulación deseada de gas combustible, oxígeno y nitrógeno, llenando con la mezcla la cámara de mezcla 28, y descargando continuamente a la atmósfera a través de la válvula de retención 7. La válvula de cierre 19 fué abierta seguidamente, y se admitió mezcla gaseosa en el conjunto de la tubería de vacío y en el bloque de esponja dentro de la bolsa de polietileno, hasta que la presión total indicada por el manómetro fué de 1 atmósfera. Seguidamente, se abrió la válvula de cierre 19. Este procedimiento fué repetido dos veces más, de tal manera que el bloque de esponja fué alternativamente evacuado y cargado por tres veces con la mezcla de gas deseada.

Seguidamente, se cerraron todas las válvulas de aire y la bujía fué excitada para inflamar la mezcla gaseosa.

La naturaleza de la explosión del gas, el ruido generado y el efecto sobre la esponja, fueron anotados inmediatamente. Los bloques tratados fueron examinados a continuación, para determinar lo completo de la reticulación y la pérdida de peso. Unas muestras seleccionadas fueron examinadas después, para determinar la resistencia a la tracción, el alargamiento, la resistencia al desgarre, la deformación permanente por compresión, la resistencia al envejecimiento, las propiedades para soportar cargas y la resistencia a los disolventes.

Estas propiedades fueron ensayadas de acuerdo con los

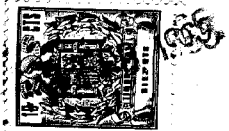


procedimientos de ensayo de las esponjas de uretano flexi-  
bles indicados en los métodos ASTM D1564-54T (Especificaciones de prueba). Se incluye una breve descripción de estos ensayos para un entendimiento conveniente de los datos  
5 incluidos en los ejemplos.

El ensayo de resistencia al desgarre, designado como "Desgarre", se explica por si mismo. Se mide en la máquina TM Instron, obteniéndose la carga de desgarre en kilogramos. Las probetas de ensayo individuales estan firmemente fijadas  
10 en las mordazas de la máquina Instron y la carga se aplica para una velocidad de las mordazas de 51 cm/minuto. El desgarre de la probeta se inicia con una cuchilla de afeitarse para mantenerlo en el centro del bloque hasta la rotura de la probeta. La carga de rotura se registra en kilogramos,  
15 junto con el espesor de la muestra. La resistencia al desgarre se calcula dividiendo la carga de rotura (media) por el espesor de la muestra, y expresando el esfuerzo de tracción en kilogramos requeridos para desgarrar una probeta de 1 cm de anchura (kg/cm).

La resistencia a la tracción se determina mediante una máquina TM Instron, siendo troquelada la probeta de acuerdo con ciertas dimensiones especificadas en el método ASTM arriba indicado. Esta probeta se ensaya hasta ruptura, registrándose la resistencia a la tracción hasta una aproximación de 0,25 cm ó 0,5 kg. Los valores de esta medida se obtienen dividiendo la carga de rotura en kg. por el área de la sección transversal original de la probeta medida en  $cm^2$ .

El alargamiento (Alargamiento a la rotura) se calcula dividiendo la distancia final a la cual se rompe la probeta



por la distancia original entre las mordazas de la máquina Instron (50,8 mm). El valor se expresa como tanto por ciento de la distancia original.

5 La deformación permanente por compresión se determina insertando una probeta de 25,4 mm de espesor y de una determinada dimensión, entre dos placas ajustadas al 50% ± 1% del espesor original de la probeta. En el espacio de 5 minutos la muestra se introduce en una estufa de aire circulante donde se mantiene durante 22 horas a 71°C ± 1°C. Al  
10 cabo de este tiempo, se saca el aparato de ensayo de la estufa y se extrae del aparato la probeta de muestra, se deja que retorne a las condiciones ambientales durante 30 minutos ± 2 minutos - 0, y se mide el espesor. La deformación permanente por compresión se expresa entonces como un porcentaje de la deformación original, de la manera siguiente:

$$C_s = \frac{t_o - t_t}{t_o - t_s} \times 100$$

donde  $C_s$  = Deformación permanente por compresión como porcentaje de la desviación original

20  $t_o$  = Altura original de la probeta

$t_s$  = Altura de la barra separadora utilizada (Procedimiento normalizado 12,7 mm)

$t_t$  = Altura de la probeta 30 minutos después de sacarla del aparato

25 El ensayo de deformación por compresión (que significa las propiedades para soportar la carga) consiste en la medida de la carga necesaria para producir una compresión de un 25 y de un 50% sobre el área entera de la probeta de uretano esponjoso.

30 Las medidas se efectúan en un aparato que tiene un pié

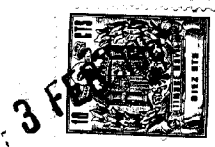


de compresión plano, de mayor tamaño que las probetas ensayadas. Este pie está conectado a una célula medidora de la carga y está montado de una manera tal que la probeta de esponja puede ser deformada a una velocidad de 50,8 mm por minuto. Las probetas son de un espesor de 50,8 x 50,8 x 25,4 mm. Cada una de las muestras se comprime seguidamente hasta el 80% de su altura original, y la carga se registra para un 25% y para un 50% mediante interpolación en un gráfico efectuado con una célula medidora de la carga. Los resultados se registran en  $\text{kg/cm}^2$  de área de la probeta ( $\text{kg/cm}^2$ ).

La resistencia al envejecimiento (envejecimiento hidrolítico) se determina de acuerdo con el procedimiento ASTM arriba indicado, en un autoclave con vapor de agua a una temperatura de  $101,5^{\circ}\text{C}$  y a una presión de  $1,05 \text{ kg/cm}^2$  (manométricos), durante 5 horas. Al cabo de las 5 horas se sacan las probetas y se secan en una estufa de aire durante 3 horas a  $70^{\circ}\text{C}$ , y se someten a ensayo para determinar las propiedades anteriormente descritas.

El ensayo de resistencia a los disolventes se realiza de acuerdo con el procedimiento ASTM arriba indicado. Se sumerge una muestra en disolventes diferentes, tales como gasolina e hidrocarburos clorados, y después de cierto tiempo se saca del disolvente. Seguidamente, se mide su aumento de volumen.

Se ha observado que, en algunos casos, cuando se someten ciertas esponjas orgánicas, poliméricas, a la explosión para la eliminación de los tabiques descrita arriba, el cuerpo esponjoso puede desgarrarse o hacerse pedazos, así como quemarse superficialmente. Este desgarramiento y este despedazamiento

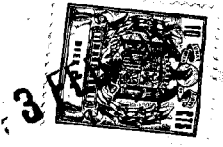


miento pueden ser controlados disminuyendo la fuerza explosiva mediante la adición de más nitrógeno. El aumento de la cantidad de combustible de la mezcla gaseosa explosiva, por otra parte, puede dar como resultado la combustión. Las esponjas blandas o las esponjas que funden fácilmente, son especialmente susceptibles a las ligeras variaciones de las condiciones ideales.

Los efectos de la fuerza explosiva en el presente procedimiento pueden ser controlados, también, manteniendo la fuerza rompedora necesaria para eliminar los tabiques de los materiales y, al mismo tiempo, reduciendo específicamente al mínimo la fuerza rompedora para eliminar el desgarré y el despedazamiento de la esponja. Esto puede realizarse empapando el cuerpo esponjoso en un líquido no inflamable y no combustible, capaz de absorber el exceso de fuerza explosiva. El agua es el líquido preferido. Otros son los aceites hidráulicos resistentes al fuego, preparados a partir de derivados monoméricos y poliméricos de fósforo o de silicón. Las mezclas de los líquidos anteriores, si éstos son compatibles, sirven igualmente bien. Otros líquidos no inflamables resultarán evidentes para un experto en la técnica. Las esponjas poliméricas orgánicas, tales como las de poliuretano, polivinilo, poliolefinas (etileno), etc, son ejemplos específicos comprendidos en el alcance de esta invención.

Esta realización de la presente invención se lleva a cabo mediante un procedimiento para reticular esponjas poliméricas orgánicas, de celda abierta, que contienen un líquido no inflamable, que comprende las operaciones de:

(a) introducir en una zona de confinamiento de gas que contiene material esponjoso, una mezcla de gas oxigenado y un



gas explosivamente combustible en contacto con oxígeno; (b) impregnar el material esponjoso humedecido con dicha composición gaseosa, durante un tiempo suficiente para asegurar una distribución de una cantidad suficiente de la mezcla gaseosa en el material esponjoso; (c) inflamar la mezcla gaseosa para obtener una propagación de llama por todo el material esponjoso humedecido; y (d) separar un material esponjoso reticulado. En general, la esponja arriba mencionada contendrá desde aproximadamente 2 hasta aproximadamente 49 ppc; en la realización preferida, desde aproximadamente 4 hasta aproximadamente 40 ppc; o, en la realización más preferida, de 4 a 18 ppc.

En un aspecto más, esta realización de la invención puede ser llevada a cabo por un procedimiento para preparar un cuerpo esponjoso polimérico, orgánico, reticulado, que tiene una red de filamentos tridimensional unidos por sus puntos de conexión, en el que los filamentos definen las caras poligonales de un poliédro elemental de esponja, tendiendo dicho poliedro una mayoría de las caras, pero menos de la totalidad de ellas, definidas por dicha red de filamentos, y una membrana unitaria unida a los filamentos definidores, componiendo el cuerpo esponjoso dichos poliedros individuales unidos entre sí por los puntos de conexión comunes y dichos filamentos, estando en dicho cuerpo las caras desprovistas de membranas en comunicación abierta con otras caras abiertas de las celdas, conteniendo dicho cuerpo un fluido líquido dispersado, substancialmente no inflamable en las condiciones de la llama explosiva, comprendiendo el procedimiento las operaciones de (a) introducir en una zona de confinamiento de gas el cuerpo que contiene el fluido; (b) im-



pregnar la zona de confinamiento del cuerpo esponjoso y del gas, introduciendo en dicha zona una mezcla de gas oxigenado y un combustible gaseoso explosivo en contacto con oxígeno, estando la cantidad de oxígeno de la mezcla por lo menos en exceso de la cantidad de oxígeno introducida en la mezcla en forma de aire; (c) amasar dicho material esponjoso para asegurar una distribución adicional de dicho fluido y de dicha mezcla gaseosa explosiva; (d) inflamar la mezcla gaseosa para obtener una propagación de llama en el material esponjoso; (e) separar un material esponjoso reticulado y (f) someter repetidamente el material esponjoso a dicho tratamiento explosivo modificado.

Aún en otro aspecto, esta realización de la invención ha sido llevada a cabo por un procedimiento para producir un cuerpo esponjoso libre de membranas, que comprende las operaciones de (a) introducir en una zona de confinamiento de gas un cuerpo esponjoso que contiene un fluido líquido no inflamable en las condiciones de llama explosiva; (b) evacuar la zona de confinamiento de gas que contiene el cuerpo esponjoso; (c) introducir en la zona de confinamiento de gas un combustible líquido sin llevar dicho combustible líquido a contacto con dicho cuerpo esponjoso que contiene el fluido líquido, estando caracterizado dicho combustible líquido por una elevada presión de vapor en las condiciones normales; (d) mantener la temperatura en la zona confinada a un nivel adecuado para el cual la presión de vapor del combustible líquido sea suficiente para permitir que el combustible exista en la fase gaseosa para formar una mezcla explosiva en presencia de oxígeno; (e) introducir una mezcla de gas que contiene oxígeno en dicha zona de confina-



miento de gas; (f) impregnar dicho cuerpo esponjoso con el gas que contiene oxígeno y con el vapor procedente de la evaporación del líquido; (g) inflamar dicha mezcla combustible; y (h) separar el material esponjoso.

5 En la realización anterior, el líquido que tiene la presión de vapor esta compuesto también de por lo menos un miembro del grupo consistente en éteres alcohólicos inferiores de 1 a 4 átomos de carbono, teniendo por lo menos uno de los alcohilos 2 átomos de carbono cuando el otro alcoholo es  $-CH_3$ , alcoholes alcohólicos inferiores de 1 a 4 átomos de carbono, caracterizándose estos compuestos, además, por tener unas presiones de vapor elevadas en las condiciones normales. Una reticulación satisfactoria se caracteriza por el hecho de que las membranas diáfanos de dicho material esponjoso están ausentes del producto final en las zonas del efecto explosivo.

15 Con el fin de ayudar a la interconexión de las celdas, en esta realización, las membras pueden ser también rotas mecánicamente sin suprimirlas, como se ha descrito arriba, exprimiendo o hinchando la esponja en un disolvente y, seguidamente, rompiendo la esponja debilitada. Todavía se pueden utilizar otros métodos para romper las membranas (sin que sean suprimidas del cuerpo esponjoso), pero esta operación tiene, generalmente, la finalidad de permitir una fácil infiltración del agua o del fluido no inflamable y de la mezcla gaseosa explosiva.

20 En esta realización, son utilizables como fuerza explosiva (combustión) diversos gases. El acetileno y el propano son los gases preferidos. Otros gases adecuados para el presente procedimiento están seleccionados de por lo me-



nos un miembro del grupo constituido por metano, etano, butano, etileno -en general, los que presentan el grupo hidrocarburo- así como el acetileno y el propano arriba mencionados. Otros materiales utilizables en la reacción son el hidrógeno, el sulfuro de hidrógeno, el óxido de etileno, el éter metílico, y los líquidos tales como el éter metilético, los éteres alcohólicos de bajo punto de ebullición, y los alcoholes, tales como el alcohol metílico, etílico e isopropílico.

Los gases utilizados en la explosión se controlan en cuanto a sus proporciones y velocidades, mediante manómetros y medidores de caudal situados en las fuentes de suministro. Generalmente, las fuentes de suministro están separadas suficientemente de la zona de explosión.

La zona explosiva a la cual se alimentan los gases a través de la conducción, consiste en una bolsa de polietileno que contiene un bloque de esponja, y en una fuente de ignición para iniciar la explosión.

La bolsa puede estar conectada, también, a una fuente de vacío para evacuar el aire de la esponja. Repitiendo la operación de evacuación varias veces, se asegura la pronta distribución del gas explosivo.

Los siguientes ejemplos se incluyen para ilustrar las diversas facetas del invento.

#### Ejemplo 1

Una gran torta de esponja de poliuretano flexible, de una densidad de  $0,0304 \text{ g/cm}^3$ , y de un tamaño de poro de 4 poros por cm lineal, fué preparado mediante un procedimiento habitual de espumación directa, utilizando una mezcla isomérica 80/20 de 2-4, 2-6 diisocianato de tolueno y "Fom-



rez 50", un poliéster adipato, producido por la Witco Chemical Company, del que se dice que tiene un índice de hidroxilo de 51,8, un índice de acidez inferior a 1,0, y una viscosidad de 18.100 centipoises a 25° C. Después del curado, se cortaron bloques de la torta y se trataron de acuerdo con el procedimiento anterior. Como gas combustible se empleó acetileno. Los resultados se resumen en la Tabla 1 y se muestran gráficamente en la Figura 2. Se ve que una gama de composiciones gaseosas, aproximadamente como la definida por la curva envolvente de la Figura 2, produce una completa reticulación de la esponja.





TABLA I

EFEECTO DE LAS MEZCLAS DE ACETILENO-OXIGENO-NITROGENO

SOBRE LA ESPONJA DE POLIESTER ADIPATO DE URETANO DE 4 ppc.

Naturaleza de la explosión

Naturaleza de la explosión

Pérdida de peso de la esponja, %

\* Composición del gas en % en volumen  $C_2H_2$

\* Composición del gas en % en volumen  $O_2$

Ensayo

Ensayo	* Composición del gas en % en volumen $O_2$	* Composición del gas en % en volumen $C_2H_2$	Pérdida de peso de la esponja, %	Naturaleza de la explosión
1	35.5	14.2	1.0	violenta
2	28.6	11.4	0.2	ligeramente menos violenta que 1
3	32.0	13	1.0	violenta
4	25.0	20	0.0	violenta
5	28	22	1.1	taponazo
6	30	25	1.5	muy violenta
7	35	45	1.6	muy violenta
8	45	10	1.6	no violenta
9	60	15	2.4	violenta
10	70	15	3.8	muy violenta
11	17.8	7.2	0.0	muy violenta
12	25	30	0.0	sin ignición
13	30	40	0.0	"
14	55	5	0.0	"
15	55	5	0.0	"
16	40	10	0.0	"
17	40	5	0.0	"
18	65	8	0.0	"
19	67	5	0.0	"
20	67	8	0.0	"
21	72	11	0.0	"
22	38	10	0.0	"
23	85	35	0.0	"
24	80	5	0.0	"
25	40	10	0.0	"
26	60	10	3.0	muy violenta
27	65	10	0.4	violenta
28	30	14	2.4	violenta
29	35	30	2.1	violenta
30	40	35	1.2	violenta
31	40	40	1.4	violenta
32	35	45	1.6	violenta
33	90	55	2.1	violenta
34	45	10	3.4	no violenta
35	40	50	1.5	muy violenta
36	35	55	1.2	violenta
37	45	60	0.1	taponazo
38	40	55	2.2	muy violenta
39	35	60	1.1	muy violenta
40	38	65	0.0	taponazo
41	32	45	0.5	muy violenta
42	80	33	1.6	muy violenta
43	95	7	1.6	muy violenta
44	79	5	2.1	muy violenta
45	52	6	2.3	muy violenta
46	49	13	1.5	violenta
47	48	10	2.3	violenta
48	29	7	0.4	muy violenta
49	27	0.4	0.6	violenta
50	71	17	1.3	violenta
51	60	29	0.4	taponazo
52	45	25	3.9	muy violenta
53	40	30	3.0	muy violenta
54	50	40	2.4	violenta
55	50	20	2.4	violenta

completa

incompleta

completa

muy pequeña

incompleta

completa

muy pequeña, fuego

completa, ligera combustión

completa

ninguna

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"

"



506

TABLE I (Continued)

Ensayo	* Composición del gas en % en volumen $O_2$	* Composición del gas en % en volumen $O_2$ y $H_2$	Pérdida de peso de la esponja, %	Naturaleza de la explosión	Reticulación
55	37	15	-	muy violenta	completa
56	70	20	3.7	violenta	completa
57	35	40	1.1	violenta	casi completa
58	40	25	1.5	violenta	completa
59	85	15	3.8	muy violenta	completa
60	79	6	-	sin ignición	ninguna
61	25	28	-	sin ignición	ninguna
62	95	5	-	sin ignición	ninguna
63	25	25	-	sin ignición	ninguna
64	30	20	-	sin ignición	ninguna
65	40	20	-	sin ignición	ninguna

\* El resto  $N_2$



Las composiciones gaseosas que proporcionan resultados satisfactorios parecen ir acompañadas por un ruido rompedor.

Ejemplo 2

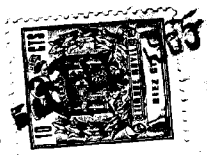
5           Unos bloques adicionales de la esponja de 4 ppc descrita en el Ejemplo 1, fueron tratados de acuerdo con el procedimiento utilizado aquí, empleando acetileno como gas combustible, con adiciones de oxígeno y nitrógeno, para obtener composiciones gaseosas de las que sería de esperar  
10           que proporcionarían una buena reticulación, basándose en los datos del Ejemplo 1. Los resultados fueron los siguientes:

•••  
•••  
•••  
•••  
•••  
•••  
•••  
•••  
•••  
•••



Densidad	* Composición del gas en % en volu- men O <sub>2</sub>		* Composición del gas en % en volu- men C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>		Pérdida de peso de la esponja	Resistencia a la fricción kg/cm <sup>2</sup>	A largo plazo %	Resistencia al desbarate kg/cm <sup>2</sup>	Deformación permanente por compresión	Compresión/ deformación 25% 50%	Retención
	1	2	10	15							
1	90	10	2.3	1.30	295	1.20	8.5	.39	.47	completa	
2	65	15	3.0	1.4	324	1.1	9.5	.39	.45	completa	
3	50	15	1.8	1.2	281	1.1	5.7	.44	.50	completa	
4	32	13	0.9	1.3	269	0.7	4.8	.44	.50	completa	
5	47	53	2.1	0.9	219	0.8	7.4	.46	.53	completa	
6	71	29	3.3	1.4	317	1.1	10.3	.43	.51	completa	
7	57	23	3.2	1.2	274	1.1	8.6	.40	.49	completa	
8	40	20	2.2	1.2	263	1.1	6.5	.42	.49	completa	
9	40	40	1.9	1.1	262	0.8	6.2	.44	.53	completa	
10	35	30	2.1	0.9	215	0.8	7.6	.43	.43	completa	
Control	x	x	x	0.7	124	0.4	3.4	.67	.84	ninguna	

\* El resto N<sub>2</sub>



Se examinó también el hinchamiento por los disolventes y la resistencia al envejecimiento de estos bloques; no se observó ningún cambio importante de las propiedades de la esponja.

5           Estos datos demuestran claramente que, además de provocar la completa reticulación de la esponja, el tratamiento produce una considerable mejora de las propiedades físicas (resistencia a la tracción, alargamiento y resistencia al desgarre). Sin embargo, se esperaba una disminución de la capacidad para soportar cargas, debida a la pérdida del efecto de acartelamiento de las membranas. Los datos del Ejemplo 2, junto con los datos del Ejemplo 1, demuestran claramente que se observa una máxima pérdida de peso de la esponja cuando la mezcla de acetileno/oxígeno es aproximadamente estequiométrica; puede haber presentes 10           unas cantidades limitadas de  $N_2$  sin una disminución importante de la pérdida de peso. Esto se demuestra en el Ejemplo 4.

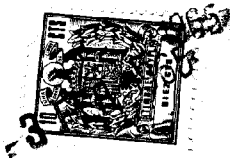
Ejemplo 3

20           Una gran torta de esponja de poliuretano flexible, de una densidad de  $0,031 \text{ g/cm}^3$ , y de un tamaño de poro de 10 poros por cm lineal, se preparó de la misma manera y a partir de los mismos materiales, tal como se ha descrito en el Ejemplo 1. Unos bloques cortados de la torta fueron 25           tratados de acuerdo con el procedimiento descrito aquí, utilizando acetileno como gas combustible. En este ejemplo y en todos los ejemplos que siguen, el resto del volumen de gas es  $N_2$ , el cual no ha sido incluido por razones de conveniencia. Los resultados fueron los siguientes:



Ensayo	*Composición del gas, en volu- men O <sub>2</sub>	*Composición del gas, en volu- men O <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	Refrida de la esponja, %	Resistencia a la tracción kg/cm <sup>2</sup>	Alargamiento, %	Resistencia al desgarro kg/cm <sup>2</sup>	Deformación permanente por compresión	Compresión/ deformación 25% 50%	Retención completa "
1	78	11	2,3	2,1	338	1,1	10,1	.40 .58	completa
2	37	15	1,3	1,2	231	0,9	9,3	.49 .60	"
3	50	30	2,4	2,3	288	1,2	10,5	.47 .60	"
Control	x	x	x	1,0	113	0,5	4,6	.67 .85	ninguna

\* El resto N<sub>2</sub>



Se pudo lograr nuevamente, una completa reticulación de la esponja de este tamaño de poro. Se obtuvieron variaciones de las propiedades de resistencia mecánica similares a las observadas en el Ejemplo 2.

5 Ejemplo 4

De una manera similar, se preparó y trató, utilizando acetileno como gas combustible, de acuerdo con el procedimiento del Ejemplo 1, una torta de esponja de poliuretano flexible, de una densidad de 0,029 g/cm<sup>3</sup> y 18 poros por cm lineal.

10

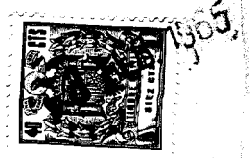




Resultados

Envase	* Composición del gas en % en volu- men O <sub>2</sub>	* Composición del gas en % en volu- men C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	Pérdida de peso de la esponja, %	Resistencia a la tracción kg/cm <sup>2</sup>	Alargamiento, %	Resistencia al desgarrar kg/cm	Deformación permanente por compresión	Compresión/ deformación 25%	Compresión/ deformación 50%	Reticulación
1	37	15	1.2	1.9	287	0.7	11.9	.47	.58	completo
2	50	30	2.3	1.7	284	0.6	8.7	.49	.56	completo
3	78	11	1.8	1.6	267	0.7	8.1	.72	.87	ninguna
Control	x	x	0	1.6	267	0.7	8.1	.72	.87	ninguna

\* El resto N<sub>2</sub>



Ejemplo 5

5 De una manera similar, se trató de acuerdo con el procedimiento del Ejemplo 1, utilizando acetileno como gas combustible, una torta de esponja de poliuretano flexible, preparada también de la misma manera y a partir de los mismos materiales que la esponja del Ejemplo 1 y de los otros ejemplos precedentes, que tenía una densidad de  $0,029 \text{ g/cm}^3$  y 24 poros por cm lineal.





**Resultados:**

Ensayo	* Composición del gas, en % en volu- men O <sub>2</sub>		Pérdida de peso de la esponja, %	Resistencia a la fractura Kg/cm <sup>2</sup>	Alargamiento, %	Resistencia al desgarro Kg/cm	Deformación permanente por compresión	Compresión/ deformación 25% 50%	Retención	
	* Composición del gas, en % en volu- men O <sub>2</sub>	* Composición del gas, en % en volu- men O <sub>2</sub>								
1	37	15	1.0	2,1	236	0,7	12,7	.47	.57	completa
2	50	30	1.4	2,1	347	0,8				"
3	78	11	1.8	2,6	405	0,9	21,9	.40	.50	"
Control	x	x	x	1,6	302	0,6	8,7	.59	.75	nada

\* El resto N<sub>2</sub>

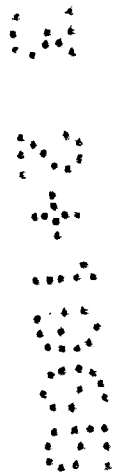


De nuevo se llevó a cabo una reticulación satisfactoria. Se logró una resistencia a la tracción y al desgarramiento mejoradas.

Ejemplo 6

5 De manera similar, una torta de esponja de poliuretano flexible, preparada de la misma manera y a partir de los mismos materiales que la esponja del Ejemplo 1, y de una densidad de  $0,025 \text{ g/cm}^3$  y de 32 poros por cm lineal, fué tratada de acuerdo con el procedimiento empleado aquí, utilizando acetileno como gas combustible.

10





Resultados:

Ensayo	* Composición del gas, en % en volu- men O <sub>2</sub>	* Composición del gas, en % en volu- men C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	Pérdida de peso de la esponja, %	Resistencia a la tracción, kg/cm	Alargamiento, %	Resistencia al desgarro, kg/cm	Deformación permanente por compresión	Compresión/ deformación 25%	Compresión/ deformación 50%	Retención
1	37	15	1.7	2.4	410	0.5	11.3	.37	.45	completa
2	50	30	2.7	2.5	439	0.6	15.2	.34	.41	"
3	78	11	3.7	2.4	452	0.6	21.9	.34	.41	"
Control	x	x	x	2.2	379	0.6	12.7	.45	.57	ninguna
* El resto N <sub>2</sub>										



De nuevo se consiguió una reticulación con una gama de composiciones gaseosas. Se mejoraron las propiedades de resistencia a la tracción y al desgarre.

Ejemplo 7

5 De manera similar, una torta de esponja de poliuretano flexible preparada de la misma manera y a partir de los mismos materiales que la esponja del Ejemplo 1, y de una densidad de  $0,029 \text{ g/cm}^3$  y de 40 poros por cm lineal, 10  
fue tratada de acuerdo con el procedimiento aquí descrito, utilizando acetileno como gas combustible.





**Resultados:**

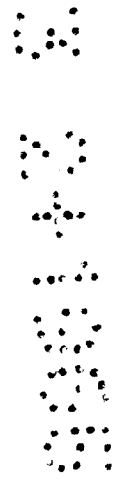
Bruero	*Composición del gas, en % en volu- men O <sub>2</sub>	*Composición del gas, en % en volu- men C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	Pérdida de peso de la esponja, %	Resistencia a la tracción Kg/cm <sup>2</sup>	Alargamiento, %	Resistencia al desgarro Kg/cm <sup>2</sup>	Deformación permanente por compresión	Compresión/ deformación 25%	Compresión/ deformación 50%	Retención
1	37	15	1.0	2.5	372	0.6	14.0	.42	.55	completa
2	50	30	1.8	2.5	380	0.6	17.2	.41	.52	"
3	78	11	2.9	3.1	416	0.8	20.3	.39	.51	"
Control	x	x	x	2.4	314	0.6	17.4	.64	.98	ninguna

\* El resto N<sub>2</sub>



Ejemplo 8

Utilizando la esponja de poliéster adipato de 4 ppe descrita en el Ejemplo 1, y el procedimiento descrito anteriormente de una manera más completa, se trataron unos  
5 bloques utilizando diversas combinaciones de propano, oxígeno y nitrógeno. Los resultados se resumen en la Tabla II y se muestran gráficamente en la Figura 3. Como con el acetileno, se encontró una gama de composiciones gaseosas que producía una reticulación completa. Esta gama no era  
10 predecible porque la estrecha área eficaz de las mezclas gaseosas representadas en la Figura 3 por la curva envolvente XYZ, requirió ensayos repetidos antes de que fuera establecida. En la región definida por XYZ se registraron principalmente ruidos rompedores.



PARTE II

EFECTO DE LAS MEZCLAS DE PROPANO-OXIGENO- NITROGENO SOBRE ESPONJA DE POLIESTER ADIPATO DE UREANO DE 4 PFC

Ensayo	*Composición del gas en % en volumen O <sub>2</sub>		*Composición del gas en % en volumen O <sub>2</sub> , H <sub>2</sub>		Pérdida de peso de la esponja, %	Naturaleza de la explosión	Particulación
	1	2	1	2			
5	1	2	25	10	4.0	taponazo muy violento	muy pequeña completa
	3	3	13	12	3.9	"	"
	4	4	12	12	3.4	"	"
10	5	5	10	10	3.2	"	"
	6	6	5	5	2.5	"	"
	7	7	3	3	1.0	"	"
	8	8	5	5	1.5	"	"
15	9	9	5	5	1.5	taponazo taponazo sin ignición	oasi completa muy pequeña ninguna
	10	10	10	10	-	"	"
	11	11	35	35	-	"	"
	12	12	65	65	-	"	"
	13	13	29	29	-	"	"
20	14	14	17	17	-	"	"
	15	15	15	15	-	"	"
	16	16	10	10	1.6	taponazo extraordinariamente violento	muy pequeña completa
	17	17	50	50	0.6	taponazo muy violento	ninguna completa
25	18	18	20	20	2.4	extracordinariamente violento	ninguna completa
	19	19	60	60	3.9	"	"
	20	20	83	83	3.7	"	"
	21	21	64	64	2.3	"	"
	22	22	62	62	2.3	"	"
	23	23	50	50	3.3	"	"
30	24	24	83	83	3.0	"	"
	25	25	95	95	-	"	"
	26	26	95	95	-	"	"
	27	27	75	75	-	"	"
	28	28	80	80	-	"	"
35	29	29	75	75	2.3	"	completa
	30	30	63	63	1.7	"	"
	31	31	56	56	1.8	"	"
	32	32	45	45	1.1	"	"
	33	33	40	40	-	violenta detonación	no enteramente del 100 %
40	34	34	40	40	-	taponazo violento	incompleta menos del 50 %
	35	35	43	43	-	taponazo violento	muy pequeña casi ninguna
	36	36	50	50	-	"	completa
	37	37	55	55	1.7	"	no enteramente del 100 %
	38	38	63	63	2.2	"	no enteramente del 100 %
45	39	39	72	72	2.5	"	completa

\*El resto N<sub>2</sub>





Ejemplo 9

Utilizando la misma esponja de adipato, de 4 ppc, del Ejemplo 1, se trataron un número de bloques, utilizando propano como gas combustible, junto con composiciones de oxígeno y nitrógeno que podría esperarse que dieran una buena reticulación.





Resultados:

Ensayo	*Composición del gas, en % en volu- men O <sub>2</sub>	*Composición del gas, en % en volu- men C <sub>2</sub> H <sub>6</sub>	Pérdida de peso de la esponja, %	Resistencia a la tracción, kg/cm <sup>2</sup>	Alargamiento, %	Resistencia al desgarrar, kg/cm <sup>2</sup>	Deformación permanente por compresión	Compresión/ deformación 25% 50%	Reticulación
1	83.3	16.7	3.7	1,1	273	1,0	4.4	.43	.50 complete
2	64	12	2.4	1,1	263	0,9	5.2	.45	.50 "
3	62	13	2.3	0,9	226	1,9	10.5	.39	.45 "
4	50	10	1.5	0,9	196	1,2	6.8	.45	.52 "
Con- trol	X	X	X	0,7	124	0,6	3.4	.67	.84 ninguna
Ensayo**	X	X	X	0,7	111	0,6	3.5	.63	.72 ninguna
1	X	X	X	1,1	320	1,0	5.7	.36	X X
2	X	X	X	1,0	352	1,5	8.2	.28	X X
3	X	X	X	0,9	311	1,8	10.3	.28	X X
4	X	X	X	1,0	272	1,3	7.2	.39	X X
Con- trol	X	X	X	0,8	224	0,9	4.9	.45	X X
	X	X	X	0,8	223	0,9	5.1	.42	X X

\* El resto N<sub>2</sub>

\*\*Propiedades de la esponja al cabo de 5 horas de exposición al vapor de agua saturado a 1,05 kg/cm<sup>2</sup> manométricos, comparadas con las muestras de control no tratadas expuestas de una manera similar.



5 Como con el acetileno, el tratamiento por el procedimiento previamente descrito, empleando propano como gas combustible, mejora la resistencia al desgarre y la resistencia a la tracción, reduce la resistencia a la compresión, pero parece no tener ningún efecto sobre la resistencia al envejecimiento en húmedo.

Ejemplo 10

10 De manera similar, se trataron de acuerdo con el procedimiento descrito previamente, utilizando propano como gas combustible, bloques de la esponja de poliéster adipato, de 18 ppc, descrita en el Ejemplo 4, y bloques de esponja de poliéster adipato, de 32 ppc, descrita en el Ejemplo 6.





Resultados:

Ensayo	Tamaño de poro	Composición del gas, en % en volu- men O <sub>2</sub>	Composición del gas, en % en volu- men O <sub>2</sub> H <sub>8</sub>	Pérdida de peso de la esponja,
1	18	83,3	16,7	3,6
2	32	83,3	16,7	3,9

Naturaleza de la explosión

Refracción

Violenta	completa
violenta	completa



Ejemplo 11

Se evaluó el butano como gas combustible, utilizando el mismo procedimiento que en el Ejemplo 10 para tratar bloques de esponja de poliéster adipato de 4, 18 y 32 ppc, descrita previamente en los Ejemplos 1, 4 y 6, respectivamente.





Muestra	Tamaño de poro	Composición del gas, en % en volumen		Pérdida de peso de la esponja, %	Naturaleza de la explosión	
		en $O_2$	en $H_{10}$			Retención
1	4	87	13	3.8	violenta, aguda	completa, muestra rasgada
2	4	75	25		taponazo	ninguna
3	4	92	8	4.4	muy violenta, aguda	completa
4	18	87	13		violenta, aguda	completa, muestra rasgada
5	40	87	13		violenta, aguda	completa



Lo que antecede indica que el butano es un gas combustible eficaz.

Ejemplo 12

5 Se evaluó el metano como gas combustible, utilizando el procedimiento anterior para tratar bloques de esponja de poliéster adipato, de 4, 18 y 32 ppc, descrita previamente en los Ejemplos 1, 4 y 6, respectivamente.





Ensayo	Tamaño de poro.	Composición del gas, en % en volu- men O <sub>2</sub>	Composición del gas, en % en volu- men C H <sub>4</sub>	Pérdida de peso de la esponja,	Naturaleza de la explosión	Retención
1	4	67	33	3.1	Violenta, aguda	completa
2	18	67	33	2.9	"	"
3	40	67	33	-	Violenta	completa en el frente, no reticulada en la parte posterior
4	40	67	33	-	Violenta	no del 100 %, mejor que la del ensayo 3



El metano fué satisfactorio para un material de 4 y de 18 ppa; se encontraron dificultades para ciertas concentraciones de oxígeno en la reticulación de una esponja de 32 ppa. Este ejemplo demuestra, por lo tanto, que se puede hacer un uso eficaz de una esponja de poro fino para extinguir la llama de combustible-aire.

Ejemplo 13

Se evaluó el etileno como gas combustible utilizando el procedimiento anterior para tratar bloques de esponja de poliéster adipato, de 4, 18 y 32 ppa, previamente descrita en los Ejemplos 1, 4 y 6 respectivamente.





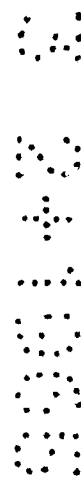
Ensayo	Tamaño de poro	Composición del gas en % en volu- men O <sub>2</sub>	Composición del gas en % en volu- men C <sub>2</sub> H <sub>4</sub>	Pérdida de peso de la esponja, %	Naturaleza de la explosión	Reticulación
1	10	75	25	3,7	wiolenta -- rompedora	completa
2	10	60	40	1,8	"	"
3	10	90	10	3,4	"	"
4	45	75	25	3,8	"	"
5	80	75	25	3,1	"	"



Ejemplo 14

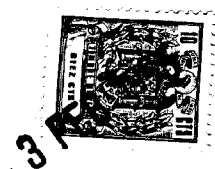
Se evaluó el hidrógeno como gas combustible, utilizando el procedimiento anterior para tratar bloques de esponja de poliéster adipato, de 4, 18 y 32 ppc, previamente descrita en los Ejemplos 1, 4 y 6, respectivamente.

5



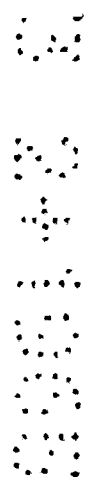


Ensayo	Tamaño de poro	Composición del gas, en % en volu- men O <sub>2</sub>	Composición del gas, en % en volu- men H <sub>2</sub>	Pérdida de peso de la esponja, %	Naturaleza de la explosión	Reticulación
1	4	11	89	-	detonación	incompleta
2	4	20	80	0.8	violenta	completa
3	4	25	75	-	"	no reticulada en un 100 %
4	4	30	70	1.0	"	completa
5	4	39	61	1.9	"	"
6	4	44	56	0.9	"	"
7	4	33	67	1.8	violenta	"
8	4	33	67	1.8	"	"
9	4	45	55	2.0	"	no enteramente del 100 %
10	4	40	50	-	"	"
11	18	33	67	2.4	"	completa, ligera combustión por un extremo
12	80	33	67	2.4	"	completa



Ejemplo 15

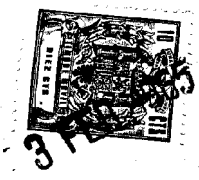
El éter dimetílico fue evaluado como gas combustible, utilizando el procedimiento anterior para tratar bloques de esponja de poliéster adipato de 4, 18 y 32 ppc, previamente descrita en los Ejemplos 1, 4 y 6, respectivamente.





Ensayo	Tamaño de peso	Composición de gas, en % en volu- men O <sub>2</sub>	Composición del gas, en % en volu- men N <sub>2</sub>	Pérdida de peso de la esponja, %	Naturaleza de la explosión	Retención
1	10	75	25	4,2*	violenta, muy aguda; (rompedora)	completa; muestra muy rasgada
2	45	75	25	2,4	violenta	completa
3	80	75	25	3,2	violenta	"

\* La pérdida de peso del ensayo 1 es desmesuradamente elevada, probablemente debido a que algo de esponja fué arrancada del bloque.



El éter dimetílico es eficaz en el margen de tamaño de poro tratado. Otros gases que resultaron ser eficaces bajo ciertas condiciones controladas son el sulfuro de hidrógeno y el óxido de etileno.

5 Ejemplo 16:

El monóxido de carbono fué evaluado como gas combustible, utilizando el procedimiento anterior para tratar bloques de esponja de poliéster adipato de 4, 18 y 32 ppc, previamente descrita en los Ejemplos 1, 4 y 6, respectivamente.

10

W  
S  
S  
S  
S



147

Ensayo    Tamaño de pono    Composición del gas, en % en volu- men O<sub>2</sub>    Composición del gas, en % en volu- men CO    Pérdida de la esponja, %

Naturaleza de la explosión    Retención

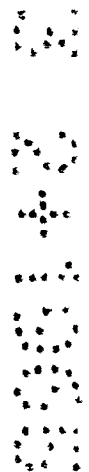
1	4	33	67	Taponazo muy pequeña	
2	4	75	25	sin taponazo ninguna; la esponja se prendió fuego	
3	4	25	75	taponazo flojo muy pequeña	
4	4	39	61	no muy violenta incompleta; aproximadamente un 50 %	
5	4	35	65	" " " incompleta después de 4 veces	
6	18	33	67	taponazo flojo ninguna	
7	40	33	67	" " " "	



El monóxido de carbono parece ser relativamente ineficaz, aunque se logró alguna reticulación. Los datos tienden a indicar que existe un estrecho margen de composición para un 40% de oxígeno aproximadamente (el resto CO), que podría dar resultados mejores.

Ejemplo 17

Se evaluó el amoníaco como gas combustible, utilizando el procedimiento esbozado arriba para tratar bloques de esponja de poliéster adipato, de 4, 18 y 32 ppc, previamente descrita en los Ejemplos 1, 4 y 6, respectivamente.





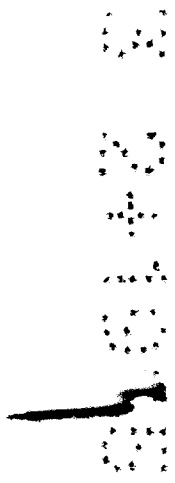
Ensayo	Tamaño de poro	Composición del gas, en % en volumen, men. O <sub>2</sub>	Composición del gas, en % en volumen, men. NH <sub>3</sub>	Pérdida de peso de la esponja, %	Naturaleza de la explosión	Retención
1	10	64	36	-	taponazo	pequeña o ninguna
2	10	75	25	-	"	ninguna; se prendió fuego
3	10	70	30	-	"	casi ninguna; se prendió fuego un poco
4	10	59	41	-	sin ignición	ninguna



Aunque el empleo del alcohol y de combustibles líquidos similares que tienen puntos de bullición por encima de la temperatura ambiente y que desprenden vapores explosivos, no es tan conveniente como el de los combustibles gaseosos, estos materiales son igualmente eficaces.

Ejemplo 19

A. El efecto del tratamiento por explosión sobre la esponja de acuerdo con el procedimiento del Ejemplo 1, fue estudiado en una instalación para la producción de esponja de poliéster adipato de 4 ppc ( densidad = 0,026 g/cm<sup>3</sup>) que había sido reticulada previamente por tratamiento cáustico.

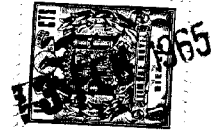




19

Resultados:

Ensayo	Composición del gas, en % en volu- men O <sub>2</sub>	Composición del gas, en % en volu- men acetona	Pérdida de peso de la esponja, %	Resistencia a la tracción, Kg/cm <sup>2</sup>	Alargamiento %	Resistencia al desgarrar, Kg/cm	Deformación permanente por compresión	Compresión 25 %	Deformación 50% 66. %
1	63	7	1.3	1.3	315	1.0	48	.36	.46
2	37	15	0.8	0.9	275	0.9	31	.46	.52
3	70	15	2.1	1.1	280	1.1	54	.45	.56
Control	x	x	0	0.9	270	0.8	29	.42	.51



Estos datos indican que el amoníaco es un gas combustible muy poco satisfactorio en las condiciones del ensayo.

Ejemplo 18

5           En una bolsa de polietileno se introdujo un bloque de la esponja de poliéster adipato de 4 ppc: descrita en el Ejemplo 1, junto con una bujía y un tubo de rociado de gas. Se introdujo en la bolsa por debajo de la esponja una cantidad de alcohol isopropílico, y se ajustó el tubo  
10 de rociado de manera que descargara dentro del alcohol. La bolsa y el contenido fueron colocados en un baño de agua mantenido a una temperatura de 47° C. A una temperatura de 47° C se esperó a que, debido a la relación de presión de vapor-temperatura del alcohol isopropílico, hubiera  
15 ra presente en fase gaseosa una mezcla aproximadamente estequiométrica de oxígeno y alcohol.

Al cabo de un tiempo suficiente para permitir que la bolsa y el contenido alcanzara la temperatura del baño, se roció oxígeno a través del alcohol durante un período de  
20 unos 30 minutos, durante cuyo tiempo se evaporó casi todo el alcohol, difundiéndose la mezcla vapor de alcohol-oxígeno a través del bloque de esponja. La bolsa se sacó del baño y se encendió inmediatamente la bujía; se obtuvo como resultado una violenta explosión. El bloque de esponja se  
25 prendió fuego pero se extinguió inmediatamente. El examen del bloque indicó que había sido completamente reticulado y que el frente de llama de alcohol se había propagado a través de todo el bloque. Probablemente, el fuego fué el resultado de la absorción del alcohol por el polímero de  
30 uretano.

**Resultados:**

Ensayo	Composición del gas, en % en volumen, $O_2$	Composición del gas, en % en volumen, $CO_2$	Pérdida de peso de la esponja, %	Resistencia a la tracción, Kg/cm <sup>2</sup>	Alargamiento, %	Resistencia al desgaste, Kg/cm <sup>2</sup>	Deformación permanente por compresión	Compresión, 25%	Deformación / Compresión, 56%
4	63	77	1.3	2.5	355	1.0	65	.72	1.077
5	37	15	0.9	2.3	350	0.9	36	.89	1.32
6	70	15	2.4	2.6	370	1.0	46	.87	1.32
Control	x	x	0	2.0	305	0.8	22	.69	1.09



B. Se ensayó una serie similar utilizando una esponja de poliéster adipato de 18 ppc (véase solicitud de EE.UU. N° de serie N° 655.368) reticulada por hidrólisis, fabricada por la Scott Paper Co., Filadelfia, Pa.

1  
2  
3  
4  
5



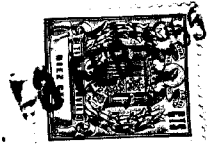
Resultados:

Ensayo	Composición del gas, en % en volu- men O <sub>2</sub>	Composición del gas, en % en volu- men Acetona esponja,	Pérdida de peso de la esponja,	Resistencia a la tracción kg/cm <sup>2</sup>	Alargamiento	Resistencia al desgarro kg/cm <sup>2</sup>	Deformación permanente por compresión	Compresión 25%	Compresión 50%	Deformación 66%
7	63	7	1.1	1.8	400	0.6	74	.56	.63	.87
8	37	15	1.1	1.5	350	0.5	74	.41	.51	.75
9	70	15	3.5	1.3	280	0.6	74	.47	.59	.86
Control	x	x	0	1.9	395	0.6	58	.36	.56	.91



C. Finalmente, se ensayó una serie sobre una esponja de poliéster adipato (densidad  $0,027 \text{ g/cm}^3$ ) (véase solicitud de EE.UU. n<sup>o</sup> de serie 655.368) reticulada por hidrólisis, de 32 ppc.





Ejemplo 20

Se investigó el efecto de una repetida exposición a un frente de llama de temperatura elevada, tratando repetidamente los bloques de acuerdo con el Ejemplo 1.

- 5 A. Com acetileno (15%  $C_2H_2$ ; 37%  $O_2$ ; 48%  $N_2$ ) como gas combustible y la esponja de poliéster adipato de 4 ppc. del Ejemplo 1 :

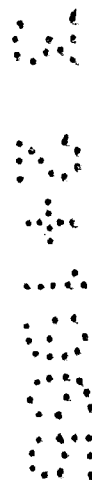




Ensayo	N° de tratamiento	Pérdida de peso acu- mulada, %	Resistencia a la tracción, kg/cm <sup>2</sup>	Alargamiento, %	Resistencia al desgarro kg/cm	Deformación permanente por compresión	Compresión 25%	Deformación / Compresión 50%	Deformación 66%
1	1	1.0	0.7	155	0.7	13	.57	.64	.87
2	2	4.0	0.6	185	0.6	11	.57	.61	.87
3	3	6.1	1.0	240	1.0	15	.56	.60	.82
4	4	8.1	0.9	225	0.9	15	.57	.62	.90
5	5	10.5	1.2	275	1.2	20	.54	.60	.82
Control	x	x	0.7	125	0.4	11	.90	.96	1.24



B. Se realizó una segunda serie de ensayos utilizando acetileno y más oxígeno (15%  $C_2H_2$ ; 70%  $O_2$ ; 15%  $N_2$ ), empleando la esponja de 4 ppc del Ejemplo 1.





Ensayo	N° de tratamiento	Pérdida de peso acumulada, %	Resistencia a la tracción Kg/cm <sup>2</sup>	Alargamiento, %	Resistencia al desgarrar kg/cm	Deformación permanente por compresión	Compresión 25%	Compresión / Deformación 50% / 66%
1	1	2.6	1.3	320	1.1	23	.56	.80
2	2	5.0	1.6	370	1.0	23	.52	.76
3	3	7.3	1.1	290	0.9	21	.52	.81
4	4	11.4	1.2	305	1.0	23	.52	.80
5	5	15.1	1.4	330	1.0	33	.47	.71
Control	x	x	0.7	125	0.4	11	.90	1.24



C. Se estudió el comportamiento de la esponja de adipato de 18 ppc, descrita en el Ejemplo 4, utilizando acetileno como gas combustible, con una baja proporción de oxígeno como en el párrafo A anterior.

6  
2  
8  
8



Ensayo	Nº de tamizado	Pérdida de peso acumulada, %	Resistencia a la tracción kg/cm <sup>2</sup>	Alargamiento, %	Resistencia al desgarro kg/cm	Deformación permanente por compresión	Compresión 25%	Deformación 50%	Deformación 66%
1	1	1.1	2,0	320	0,8	21	.60	.70	.99
2	2	2.7	2,2	360	0,8	28	.66	.79	1.07
3	3	4.7	2,4	400	0,9	19	.61	.72	.97
4	4	7.0	2,3	425	0,9	30	.64	.76	1.02
5	5	9.7	2,5	420	0,9	27	.55	.63	.86
Control	x	x	1,9	255	0,7	17	.86	.99	1.32

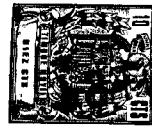


D. Se investigó el efecto de un contenido de oxígeno más elevado en el gas, el mismo que en el párrafo B anterior, utilizando la misma esponja de 18 ppa que antes.

W  
N  
4  
E  
E



Ensayo	N° de tratamiento	Pérdidas de peso acumuladas, %	Resistencia a la tracción, %	Alargamiento	Resistencia al desgarro kg/cm	Deformación permanente por compresión	Compresión 25%	Compresión / Deformación 56%
1	1	2.5	2.3	370	0.8	38	.54	.62
2	2	4.7	2.4	400	0.9	31	.55	.66
3	3	7.0	2.6	430	1.0	21	.55	.62
4	4	9.8	2.9	455	1.0	29	.54	.64
5	5	14.8	2.9	470	1.0	35	.52	.62
control	x	x	1.6	250	0.7	17	.86	.99

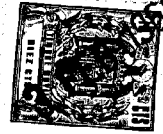


E. Se realizó una serie de ensayos final para determinar el efecto de los tratamientos múltiples (de acuerdo con el procedimiento del Ejemplo 1), utilizando acetileno como gas combustible, sobre una esponja de poliéster  
5 adipato de poliuretano de 32 ppc descrita en el Ejemplo 6, con una baja mezcla de oxígeno (15%  $C_2H_2$ ; 37%  $O_2$ ; 48%  $N_2$ ).





Ensayo	N° de tratamiento	Pérdida de peso acumulada, %	Resistencia a la tracción kg/cm <sup>2</sup>	Resistencia Alargamiento	Resistencia al desgaste kg/cm	Deformación permanente por compresión	Compresión / Deformación 25% 50% 66%
	1		2,3	Retículo 16H	0,6	13	.66 .72 .97
	2	0.8	2,3	492	0,7	14	.52 .57 .75
	3	2.0	2,6	499	0,6	19	.57 .62 .84
	4	3.1	2,2	435	0,6	24	.51 .76 .76
	5	4.8	2,3	465	0,6	18	.64 .79 1.16
Control	x	x	2,1	385			



F. Comportamiento del material de 32 ppc en presencia de un contenido de oxígeno más elevado (15%  $C_2H_2$ ; 70%  $O_2$ ; 15%  $N_2$ ).





Ensayo	Nº de tratamiento	Pérdida de peso acumulada, %	Resistencia a la tracción, Kg/cm²	Alargamiento, %	Resistencia al desgaste, Kg/cm	Deformación permanente por compresión	Compresión / Deformación
							25% / 50% / 66%
1	3.1	2.4	460	0.6	32	.52	.57
2	7.7	2.5	560	0.7	15	.47	.52
3	12.2	2.6	555	0.7	14	.42	.47
4	17.0	2.2	515	0.7	19	.42	.49
5	22.4	2.6	540	0.7	28	.35	.44
Control	x	2.1	385	0.6	18	.64	.79



Los datos de este experimento son muy interesantes y parecen indicar que se pueden llevar a cabo sutiles variaciones en la estructura de la esponja, mediante un contacto extremadamente corto con un gas caliente. Se ve que en todos los ensayos de la serie con un 70% de oxígeno, la pérdida de peso es más elevada y los aumentos de la resistencia a la tracción y al desgarre, y del alargamiento son consecuentemente mayores que los obtenidos para bajos contenidos de oxígeno. Un mayor contenido de oxígeno del gas tiende, también, a producir un deterioro mayor en el ensayo de deformación permanente por compresión. El examen de los datos de pérdida de peso de la serie E anteriores, parece indicar que la propagación de la llama era marginal con el bajo contenido de oxígeno; la pérdida de peso era pequeña, considerablemente menor que la obtenida con una esponja de poro más grueso en las series A y C (anteriores).

#### Ejemplo 21

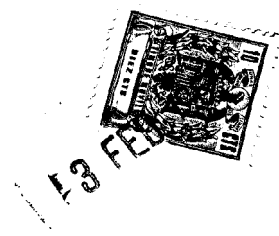
Se llevó a cabo un estudio similar al del Ejemplo 20, empleando propano como gas combustible. En todos los ensayos la composición del gas fué de 7% de  $C_3H_8$ ; 63% de  $O_2$ ; 30% de  $N_2$ . La esponja era un material de poliéster adipato de 4, 18 y 35 ppc, descrito en los Ejemplos 1, 4 y 6, respectivamente.

A. Con una esponja de 4 ppc:



Ensayo	Nº de tra- tamientos	Pérdida de peso acu- mulada, %	Resistencia a la tra- cción, kg/cm <sup>2</sup>	Alargamiento %,	Resistencia al desgarro kg/cm	Deformación permanente por compre- sión	Compresión / Deformación 25% / 50% / 66%
1	1	1.8	1.5	240	0.9	51	.38 .48 .70
2	2	3.5	0.9	27.9	0.8	23	.51 .55 .72
3	3	5.6	1.2	290	0.9	38	.50 .57 .76
4	4	7.7	1.0	275	0.9	32	.48 .56 .78
5	5	10.0	1.2	323	1.0	28	.49 .54 .75
Control	x	x	0.7	125	0.4	11	.90 .96 1.24

B. Com um material de 18 ppc:



W  
S  
S

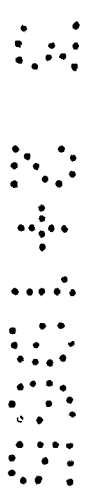


131

Ensayo	Nº de tratamientos	Pérdida de peso acumulada, %	Resistencia a la tracción, %	Resistencia Alargamiento, %
1	1	1.6	1.9	435
2	2	3.9	2.0	440
3	3	6.2	2.6	400
4	4	9.0	2.1	455
5	5	11.5	2.1	460
control	x	x	1.7	255

Resistencia al desgarro kg/cm	Deformación permanente por compresión	Compresión / Deformación 25%	50%	66%
0.8	42	.50	.62	.87
0.9	45	.52	.64	.87
0.9	50	.51	.62	.87
0.9	39	.50	.61	.87
0.9	41	.48	.56	.75
0.7	177	.86	.96	1.32

C. Con material de 32 ppc:





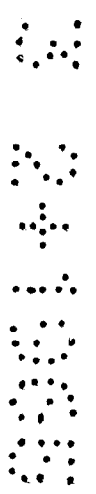
Ensayo N° de tra- P6rdida Resistencia Alargamiento Compresión / Deformación  
 mientos de peso a la tramo-2 %  
 acúmulo- ción Kg/cm<sup>2</sup> %  
 da. %

Ensayo	N° de tra- mientos	P6rdida de peso acúmulo- da. %	Resistencia a la tramo-2 ción Kg/cm <sup>2</sup>	Alargamiento %	Resistencia al desgarr Kg/cm	Deformación permanente por compre- sion	Compresión / Deformación 25% .50% .66%
1	1			R e t i c u l a c i ó n	i n c o m p l e t a		
2	2	x	2,1	480	0,6	41	.54 .59 .78
3	3	x	2,7	505	0,7	20	.51 .57 .77
4	4	x	2,5	485	0,6	37	.53 .66 .88
5	5	x	3,3	450	0,7	-	.40 .50 .73
Control	x	x	2,1	385	0,6	18	.64 .73 1.16



Ejemplo 22

5 Un bloque de poliéter de poliuretano polimérico flexible, de una densidad de  $0,016 \text{ g/cm}^3$  y de 18 ppc, preparado por reacción de una mezcla de poliéter de triol y de diol con diisocianato de tolueno y agua, en un proceso directo habitual, pero obteniendo una parte del hinchamiento con "Freon 11", fué tratado de acuerdo con el procedimiento del Ejemplo 1 con varios gases combustibles.





Resultados:

Ensayo	Combustible	# Composticion	del gas em % en volumen	Pérdida de peso de la muestra, %
1	propano	53	77	88
2	acetileno	37	15	79
3	acetileno	70	15	50
Control			x	x

Ensayo	Resistencia a la tracción kg/cm <sup>2</sup>	Alargamiento %	Resistencia al desgarro kg/cm	Deformación permanente por compresión	Compresión / Deformación 25% / 50%	Deformación 66%	Intimidación
1	1,3	400	0,5	26	0,12 / 0,12	0,16	completa
2	1,0	315	0,4	20	0,17 / 0,20	0,27	"
3	1,1	380	0,4	24	0,12 / 0,14	0,17	"
Control	0,7	165	0,2	11	0,29 / 0,30	0,37	ninguna

\* El resto N<sub>2</sub>



Como con las esponjas de poliéster de uretano, se obtuvo un notable aumento de resistencia a la tracción, alargamiento y resistencia al desgarre. La estabilidad a la compresión fue peor. Como ocurría con las esponjas de poliéster, esta muestra era sensible al contenido de oxígeno de la mezcla gaseosa.

Ejemplo 23

Un bloque de esponja de poliéster de poliuretano polimérico, similar generalmente al material del Ejemplo 22, a excepción de que se empleó un poliéster diferente. Este poliéster se obtuvo de la Witco Chemical Co., Chicago, Illinois, y se vende bajo la marca "Formez" G-26-9, y se caracteriza por un índice de hidroxilo de 110 aproximadamente, con un índice de acidez de 0,06 aproximadamente, y una insaturación de 0,006 miliequivalentes por gramo, fue tratado de acuerdo con el procedimiento del Ejemplo 1. La densidad de la esponja era de  $0,0163 \text{ g/cm}^3$ ; el tamaño de poro era de 18 ppc.





Esta esponja era muy blanda y se encontró una gran dificultad por el desgarramiento; por otra parte, los resultados son generalmente similares a los obtenidos con la esponja del Ejemplo 22.

5 Ejemplo 24

Una esponja flexible de poli (cloruro de vinilo) fue tratada como en el Ejemplo 1. Este material esponjoso, fabricado por la Union Carbide Co., tenía una densidad de  $0,090 \text{ g/cm}^3$ , aproximadamente 12 ppc, y era de celda abierta. El material en hojas de 6,35 mm de espesor y 152,5 mm de anchura aproximadamente, fue enrollado para formar rollos de un diámetro de 152,5 mm aproximadamente, colocado en el interior de bolsas de polietileno y tratado por explosión, utilizando acetileno como gas combustible (37% de  $\text{O}_2$ ; 15% de acetileno; 48% de  $\text{N}_2$ ). El producto reticulado es utilizable para fines de filtración.

10

15



Defibración, Permeabilidad por compresión	Comerción / Deformación 50%	Retención 66%
27	0,62	1,12 2,30 completos
24	0,75	1,50 3,09 ninguna

Ensayo	Densidad, g/cm <sup>3</sup>	Resistencia a la tracción, kg/cm <sup>2</sup>	Alargamiento, %	Resistencia al desgarro, kg/cm
1	0,90	0,77	70	0,2
Control	0,90	0,9	65	0,2



El experimento anterior demostró que las esponjas de celda abierta diferentes de las de uretano, son también reticuladas y modificadas en sus propiedades físicas mediante la acción de un frente de gas a gran temperatura.

5 Ejemplo 25

Se humedece con agua un bloque de esponja de poliéster adipato de poliuretano, flexible, de una densidad de 0,030 g/cm<sup>3</sup>, y de 18 ppc. Una parte del bloque humedecido se expone a las condiciones creadas mediante la explosión de una mezcla gaseosa de acetileno y oxígeno, constituida por una parte de acetileno para 2 y 2,5 partes de oxígeno, que se alimenta al sistema a una velocidad de 991 litros por minuto, durante 3 minutos. La esponja es eficazmente reticulada sin que se obtenga una superficie carbonizada cuando se somete la esponja a la fuerza explosiva, en estado seco, en las mismas condiciones.

15 Ejemplo 26

Unos bloques de esponjas no reticuladas que pertenecen al mismo bloque que los del Ejemplo 23, se someten al mismo tratamiento por explosión, a excepción de que la esponja se sumerge en agua, se exprime para eliminar el exceso de agua y, seguidamente, se reticula. Los cuerpos esponjosos, tratados con una llama explosiva, no presentan substancialmente ningún desgarramiento.

20 Ejemplo 27

Se prepara un gran bloque de esponja de poliuretano mediante un procedimiento habitual, directo, para la formación de esponjas, utilizando una mezcla isomérica 80-20 de 2,4-diisocianato de tolueno y 2,6-diisocianato de tolueno.



no, y aceite de ricino.

5 Se cortan probetas de 152,4 x 152,4 x 76,2 mm del gran bloque, y se exponen a las condiciones creadas mediante la inflamación de una mezcla explosiva de acetileno y oxígeno. Se obtiene una esponja eficazmente reticulada; sin embargo, es algo blanda y gomosa. Humedeciendo otra muestra de la misma esponja con agua y sometiendo seguidamente a una mezcla explosiva de acetileno y oxígeno, disminuye considerablemente la gomosidad de la esponja.

10

Ejemplo 28

15 Varias muestras de una esponja de poliéster adipato de poliuretano, de 18 ppc, se someten a una fuerza explosiva generada por una mezcla de sulfuro de hidrógeno-oxígeno-nitrógeno. Los datos que figuran a continuación ilustran los resultados.



Ensayo	Composición de la mezcla gaseosa, % en volumen			Caudal total de gas, litros/hora	Hidrógeno		Re-titulación
	H <sub>2</sub>	O <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>		Peso original, gramos	Peso después del tratamiento, gramos	
1	40	60	0	212,4	53,6	52,8	completa
2	30	70	0	283,2	52,3	51,0	"
3	23,1	76,9	0	368,1	51,1	50,3	"
4	60	40	0	283,2	52,5	52,2	incompleta
5	70	30	0	283,2	50,6	x	completa, mas tra quemada

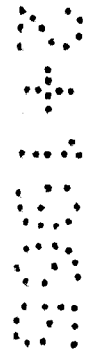


Los experimentos anteriores se realizan seguidamente, humedeciendo ligeramente las muestras. Si hay presente un exceso de agua (después de sumergirlas y exprimirlas ligeramente) la explosión es considerablemente menos eficaz.

5 Esto indica que el agua es un buen flúido para modificar la fuerza explosiva utilizada en la reticulación de las esponjas.

Ejemplo 29

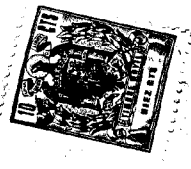
10 Varias muestras de una esponja de poliéster adipato de poliuretano, de 18 ppc, se someten a una fuerza explosiva generada por una mezcla de óxido de etileno y oxígeno, de acuerdo con el procedimiento descrito arriba. Los datos que figuran a continuación ilustran los resultados.



3 FEB 1954

Número	Composición de la mezcla gaseosa, % en volumen			Caudal total de gas, litros/hora
	Oxígeno	O <sub>2</sub>	H <sub>2</sub>	
1	100	0	0	141,6
2	28,5	71,5	0	495,5
3	20,0	80	0	70,8
4	10,0	90,0	0	1415,8
5	50,0	50,0	0	283,2
6	75,0	25,0	0	297,3
7	28,5	71,5	0	495,5
8	30,0	50,0	0	283,2

eterno	Peso original, gramos	Comentarios
	50,3	ninguna explosión
	50,5	rotura grave; reticulación completa
	49,7	explosión muy ligera; combustión
	52,4	ninguna explosión
	52,3	rotura grave; reticulación completa
	53,0	combustión; reticulación incompleta
	51,2	explosión muy violenta; reticulación completa
	51,3	explosión muy violenta (rompedora); reticulación completa; desgarro de la muestra



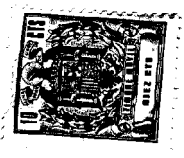
Los experimentos anteriores se realizan entonces, humedeciendo la muestra de esponja con agua. Se evita la rotura o el desgarramiento y se elimina la combustión, si el bloque de esponja está lo suficientemente humedecido para que absorba el exceso de energía. Este ejemplo demuestra que se puede modificar eficazmente una explosión muy rompedora, tal como la obtenida mediante una mezcla 50-50 de los componentes gaseosos arriba indicados, utilizando agua como medio de disipación de energía.

10 Las esponjas tratadas en las condiciones empleadas arriba, incluyen las esponjas de los éteres, esteres y aceite de ricino, anteriormente mencionadas. Mediante este procedimiento modificado, se han reticulado también satisfactoriamente esponjas de poliéter rígidas.

15 En la práctica de la invención se utilizan esponjas de diversos tamaños de poro. La aplicación del tratamiento por explosión a esponjas que tienen tamaños de poro diferentes, requiere, generalmente, algún ajuste en las variables combustible-gas, gas oxigenado y agua. Desde un punto de vista práctico, se investigan primeramente las dos primeras variables para ver si se puede lograr fácilmente el control deseado; seguidamente, si las dos primeras variables no proporcionan fácilmente el resultado deseado, se emplea la operación de humedecimiento para lograr un mejor control. Sin embargo, se entiende que utilizando el flúido no inflamable en cualquier condición deseada, se obtiene un control del proceso más preciso y se facilita la determinación de las condiciones óptimas.

Esta solicitud que corresponde a las presentadas em

27 FEB 1965



los Estados Unidos de América el 18 de Noviembre de 1.963, bajo el núm. 324.578 y el 27 de Enero de 1.964 bajo el núm. 340.487, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

5

- N O T A -

10 Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España por VEINTE años, son los siguientes:

15 1.- Un procedimiento de reticular material de esponja polímero orgánico caracterizado por difundir por dicho material de esponja una mezcla gaseosa explosiva, hacer explotar dicha mezcla gaseosa y propagar una llama en dicho material de esponja.

20 2.- Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que dicha mezcla gaseosa contiene oxígeno y un gas combustible de forma explosiva con él.

25 3.- Un procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado por el hecho de que la cantidad de oxígeno en dicha mezcla sobrepasa la cantidad de oxígeno introducido en la mezcla en forma de aire.

30 4.- Un procedimiento según una cualquiera de las precedentes reivindicaciones, caracterizado por el hecho de que el material de esponja y la mezcla gaseosa son introducidos en una zona de confinación de gas y la mezcla gaseosa se hace explotar en dicha zona.

5.- Un procedimiento según la reivindicación 4, ca-



racterizado por el hecho de que el material de esponja es amasado después de la introducción del material de esponja y la mezcla gaseosa en dicha zona de confinación de gas y antes de la explosión de dicha mezcla gaseosa.

5           6.- Un procedimiento según las reivindicaciones 4 o 5, caracterizado por el hecho de que dicho material de esponja es introducido en dicha zona de confinación de gas, la zona de confinación de gas es evacuada y la mezcla gaseosa es introducida subsiguientemente en dicha zona de  
10 confinación de gas.

7.- Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 2 a 6, caracterizado por el hecho de que dicha mezcla gaseosa explosiva contiene hidrógeno, acetileno, etileno, metano, etano, propano, butano o metileter.

15           8.- Un procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado por el hecho de que dicha mezcla gaseosa es introducida en dicha zona de confinación de gas introduciendo en ella un combustible líquido sin llevar dicho combustible líquido a contacto con dicho material de esponja,  
20 teniendo dicho combustible líquido una presión de vapor elevada en condiciones normales, mantener la temperatura en dicha zona en un nivel en el que la presión de vapor del combustible es suficiente para permitir que el combustible exista en fase gaseosa en una concentración para formar dicha mezcla gaseosa explosiva en presencia de oxígeno,  
25 introducir una mezcla de gas que contiene oxígeno en dicha zona de confinación de gas y difundir por dicho material de esponja el gas que contiene oxígeno y el vapor procedente del combustible líquido en evaporación y después de eso hacer explotar dicha mezcla gaseosa.  
30

4

9.- Un procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado por el hecho de que dicho combustible líquido es alcohileter inferior que tiene de 1 a 4 átomos de carbono, teniendo por lo menos uno de los alcoholos dos átomos de carbono cuando el otro es  $-CH_3$ , o un alcohol de alcohilo inferior.

5

10.- Un procedimiento según la reivindicación 9, caracterizado por el hecho de que el combustible líquido es metiletileter o isopropilalcohol.

10

11.- Un procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado por el hecho de que el material de esponja es una esponja de poliuretano y la mezcla de gases explosiva es una mezcla de oxígeno, nitrógeno y acetileno según se define por las superficies que caen debajo de la curva ABC en la figura 1, o curvas A'B'C', A'D'E, A'FG'. HJK y IMN en la figura 4 de los dibujos.

15

12.- Un procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado por el hecho de que el material de esponja es una esponja de poliuretano y la mezcla gaseosa explosiva es oxígeno, nitrógeno y propano según se define por el área que cae bajo la curva XYZ en la figura 3 de los dibujos.

20

13.- Un procedimiento según una cualquiera de las precedentes reivindicaciones, caracterizado por el hecho de que el material de esponja es poliester de poliuretano, polieter de poliuretano o policloruro de vimilo.

25

14.- Un procedimiento según una cualquiera de las precedentes reivindicaciones, caracterizado por el hecho de que el material de esponja es una esponja de células abiertas de 2 a 50 poros por centímetro línea.

30



15.- Un procedimiento según una cualquiera de las precedentes reivindicaciones, caracterizado por el hecho de que el material de esponja es humedecido introduciendo un líquido no inflamable en dicho material de esponja antes de difundir por dicho material de esponja dicha mezcla gaseosa explosiva.

16.- Un procedimiento según una cualquiera de las precedentes reivindicaciones, caracterizado por el hecho de que el material de esponja es sometido repetidamente al tratamiento por explosivo.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de noventa y ocho hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

P.A.

3 FEB 1965

*[Handwritten signature]*  
 Agente de...  
 P.A.

JJV.

*[Handwritten mark]*

ESCALA VARIABLE

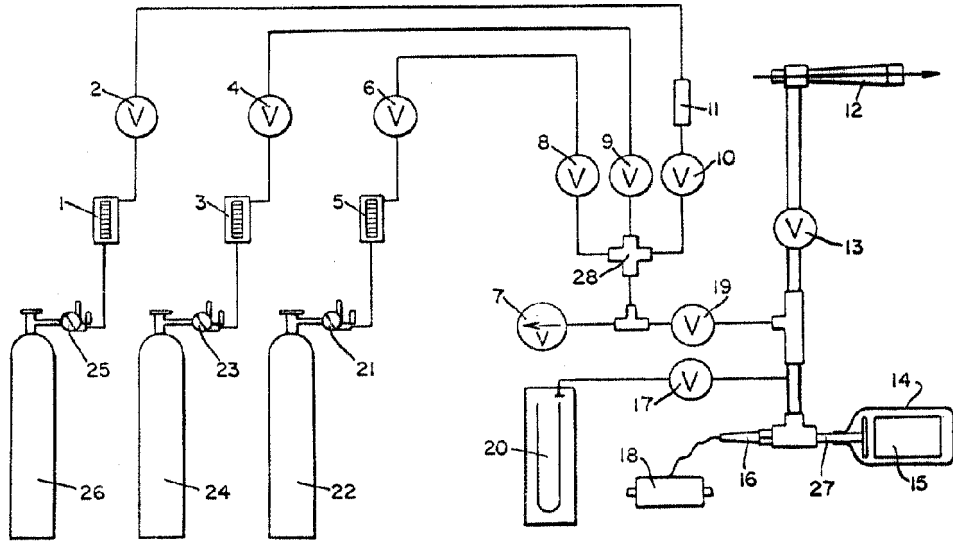
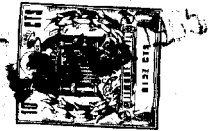
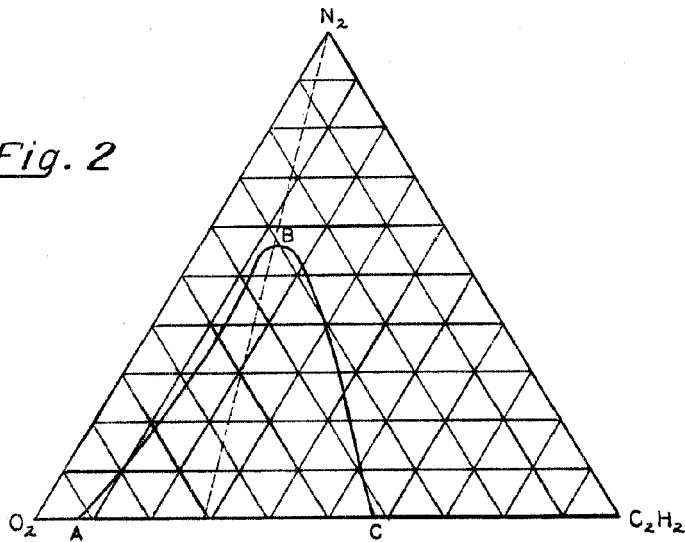


Fig. 1

Fig. 2



*[Handwritten signature]*



Fig. 3

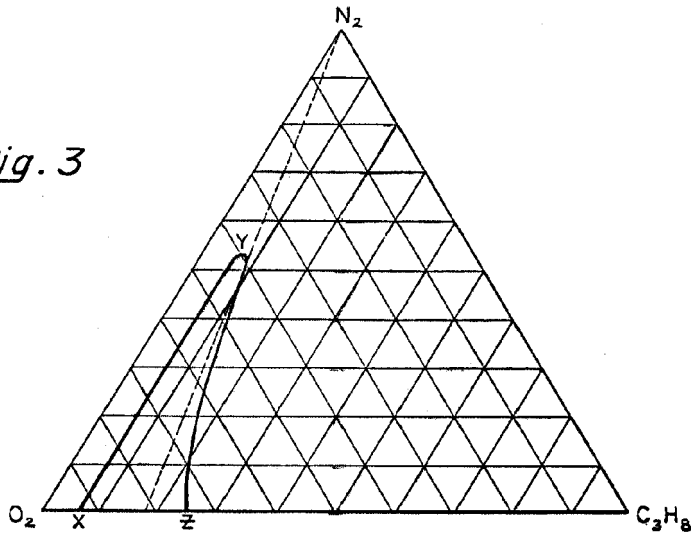
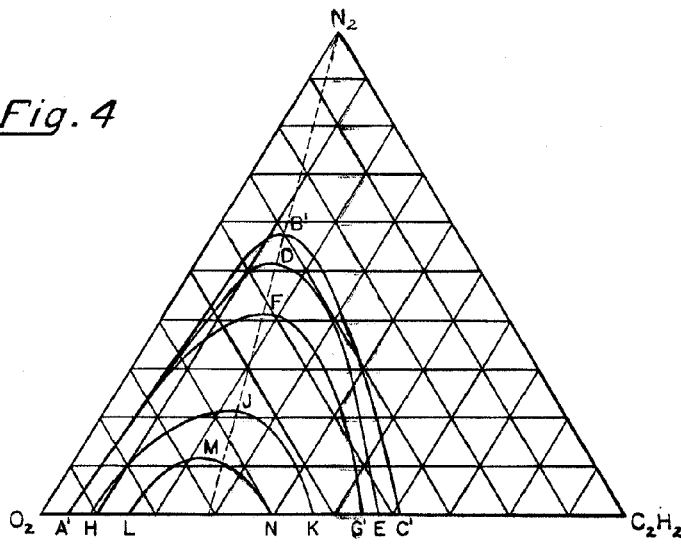


Fig. 4



Alberto de Humbert  
Per Fuser