

375729

21 FNE



375729

SECCION TECNICA
CLASIFICACION
CLASE C-08
SUBCLASE G

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de una

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: MIDWEST RESEARCH INSTITUTE

RESIDENCIA: 425 Volker Boulevard, KANSAS CITY,

Missouri, Estados Unidos.

ENUNCIADO: "UN METODO DE PREPARACION DE UNA

ESPUMA RETARDANTE DE LA COMBUSTION"

Prioridad: Patente n.º del



1 puma se aplica directamente sobre el panel y la presencia
del ácido fuerte inhibe la reacción agua-isocianato, produ-
ciendo así espumas más densas.

5 En la patente estadounidense nº 2.608.536 de Ster-
ling se describe otro método para la preparación de espu-
mas de resina fenólica celulares a partir de resoles, uti-
lizando un gran exceso del resol sobre un poli-isocianato,
nitrógeno gaseoso como agente espumante y la acción del ca-
lor como iniciador de la reacción. Hemos encontrado que es-
10 tas grandes relaciones de resol a poli-isocianato no son
convenientes desde el punto de vista de las propiedades de
retraso de la combustión y resistencia al calor de la es-
pumá acabada, además de dar lugar a un producto de una den-
sidad considerablemente mayor.

15 La patente estadounidense nº 3.271.331 de Ender
trata de espumas fenólicas producidas a partir de resinas
de resol y estabilizadas mediante ciertos compuestos de
organosilicio. No obstante, en lo que se refiere a la pro-
ducción de la propia espuma, los procedimientos descritos
20 utilizan solamente pequeñas cantidades de isocianatos con
respecto a la cantidad de resol presente. En este aspecto,
la espuma es del tipo producido de acuerdo con la patente
de Sterling.

COMPENDIO DE LA INVENCION

25 El sistema de reacción del presente invento compren-
de una resina con grupos metilol reactivos que tiene un pH
de 3,0 como mínimo preferiblemente, con un contenido en agua
no superior al 10 % aproximadamente y preferiblemente no su-
perior al 5 % en peso, en combinación con un poli-isociana-
to aromático en una relación de 1/2 a 1 equivalentes en pe-
30

375729

21 E



1 so aproximadamente de poli-isocianato por cada equivalente
en peso de la resina de metilol, en presencia de un medio
alcalino, para producir un producto auto-espumable. Expre-
sándolo en relación en peso, la cantidad de resina de meti-
5 lol oscila entre 0,6 y 5 partes aproximadamente por parte
de poli-isocianato. En el caso de las resinas de resol fe-
nólicas, se obtienen resultados especialmente buenos cuando
la relación de resol a poli-isocianato está comprendida
aproximadamente entre 0,6 y 1,3 partes en peso por cada
10 parte en peso del poli-isocianato.

Aunque las resinas de metilol fenólicas represen-
tan la forma preferida del invento, también pueden obte-
nerse resultados similares partiendo de resinas de metilol
a base de compuestos como urea, melamina, anilina y p-to-
15 luensulfonamida. Para mejorar las propiedades físicas de
las resinas espumadas, se sugiere que el producto espumado
sea curado a una temperatura comprendida entre 250° y 500°
(121° y 260°C) o así, durante periodos de tiempo que osci-
lan aproximadamente entre media hora y una hora. Pueden
20 utilizarse tiempos más prolongados, pero normalmente no
son necesarios. Este post-curado mejora considerablemente
la resistencia del producto espumado al calor y a la llama
directa.

DESCRIPCION DE LAS REALIZACIONES PREFERIDAS

25 El material de partida en el presente invento es
una resina de metilol, conocida algunas veces como resina
de fase A. Estas resinas se caracterizan por poseer una
multiplicidad de grupos metilol reactivos y sus funciona-
lidades son de 2 como mínimo. Puede producirse una resina
30 de metilol típica haciendo reaccionar 1 mol de fenol con

375729

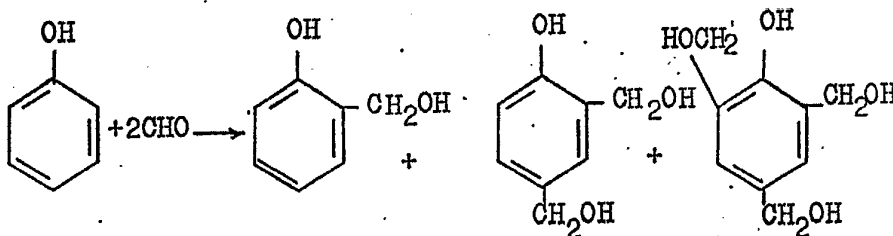
21



1

2 moles de formaldehído en condiciones básicas, por ejemplo un pH de 8, para formar metilol-fenoles de acuerdo con la siguiente ecuación:

5



10

La formación de monometilolfenoles, dimetilolfenoles y trimetilolfenoles se produce junto con la polimerización de estos fenoles sustituidos a compuestos de peso molecular más elevado. Es conveniente limitar esta polimerización con objeto de obtener resinas de baja viscosidad. La polimerización de los metilolfenoles tiene lugar en condiciones básicas para formar materiales poliméricos complejos con uniones metileno y éter. Estas reacciones son muy complicadas y están descritas en la bibliografía (v.g. Carswell, T.S., "Phenoplasts", Interscience New York, New York 1947).

15

20

La resina de metilol producida con una relación molar de 2:1 (formaldehído a fenol) da una mezcla media de fenoles disustituidos si no tiene lugar ninguna polimerización. Si la resina fuera totalmente dimetilolfenol, el compuesto tendría un peso equivalente hidroxílico de 77, expresado como grupos metilol reactivos y de 51 expresado como grupos hidroxilo totales. El grupo hidroxilo fenólico no es tan reactivo como los grupos metilol y puede no ser tenido en consideración. Como en realidad tiene lugar cierta polimerización, puede suponerse válidamente que el peso equivalente de la resina está comprendido entre 80 y 120

25

30

375729

21 EN



1 gramos aproximadamente.

5 Los poli-isocianatos utilizados de acuerdo con el presente invento tienen una funcionalidad igual o mayor de 2 y por lo tanto pueden crear resinas reticuladas cuando reaccionan con un poliol difuncional. La reacción principal se produce entre los grupos isocianato y los grupos metilol del resol para crear uniones de uretano. A temperaturas moderadas de reacción, comprendidas entre 27° y 120°C aproximadamente, tiene lugar muy poca condensación fenólica. El post-curado de las espumas cambia las propiedades físicas de las mismas haciéndolas más fuertes, más resistentes a la combustión y más resistentes al calor.

10 Algunas de las condiciones de reacción que son observadas preferiblemente en la manufactura del propio resol resultan evidentes en los siguientes ejemplos específicos de un procedimiento para la producción de un resol:

15 EJEMPLO 1

20 En un calderín de resina de 3 litros de capacidad, provisto de agitador, dispositivo para la toma de muestras, entrada de nitrógeno y condensador, se introducen 341 g de fenol licuificado (al 88 % en peso en agua, 300 g de fenol) y 518 g de formalina acuosa al 37 % (192 g de CH₂O). Se añaden 6 g de hidróxido sódico en 40 ml de agua y la masa de reacción se lleva a 85-90°C. Se hace burbujear nitrógeno a través de la solución durante la calefacción, durante un periodo de 1,25 horas. Después de enfriar a 30-40°C, la masa de reacción se lleva a pH 5 con 40 ml aproximadamente de ácido sulfúrico al 10 % y después se separa agua a 30-40 mm de mercurio. Se separan aproximadamente 430 ml de agua para producir un resol con un porcentaje residual de

25
30



375729

21

1 agua de 3,0-3,5 % en peso. La temperatura de la masa de
reacción se mantiene por debajo de 60°C durante la separa-
ción del agua. Una vez completada la separación del agua,
se determina la cantidad de CH₂O residual y se encuentra
5 que es de 4,0 g/100 cc, la viscosidad es de 3.960 cps
(Brookfield, huso nº 3, 30 rpm) a 25°C y el tiempo de
vulcanización es de 73 segundos a 180°C.

10 La relación molar en este ejemplo es de 2,0 moles
de CH₂O por mol de fenol. Se ha encontrado que con unas re-
laciones de 1,8-2,5 moles de CH₂O por mol de fenol se ob-
tienen resoles utilizables. Se ha encontrado que una rela-
ción de 2:1 es la más satisfactoria desde el punto de vis-
ta de la reactividad, CH₂O residual (que debe mantenerse
en un valor mínimo) y viscosidad (es conveniente una vis-
15 cosidad de 10.000 cps o menor).

Después de haber separado el agua, se filtra la re-
sina para eliminar el sulfato sódico residual insoluble,
producido durante la reacción de neutralización. Se obtie-
ne un resol de color paja claro. La determinación exacta
20 del contenido en agua se realiza utilizando el método de
Karl Fischer.

El resol puede ser preparado haciendo reaccionar a
una temperatura inferior (50°C) durante un periodo más lar-
go o a la temperatura de reflujo (94°C) durante un periodo
25 más corto. Es necesario que la reacción sea interrumpida
en el momento en que se haya producido un resol conteniendo
de 2,0 a 4,0 % en peso de agua, con una viscosidad (25°C)
inferior a 20.000 cps (preferiblemente inferior a 10.000
cps) y un tiempo de curado a 180°C de 50 a 80 segundos. Se
30 encontrará presente en el resol algo de formaldehído que no

375729

21



1 ha reaccionado y debe ser mantenido en una proporción infe-
rior a 4,0 g/100 cc, siendo conveniente que su proporción
sea menor de 2,0 g/100 cc.

5 Manteniendo el pH del resol en 5,0 o menos, la vis-
cosidad del mismo no aumenta rápidamente a la temperatura
ambiente y es bastante estable entre 5° y 15°C. El pH de
los resoles no debe ser inferior a 3,0 con objeto de su-
primir la formación de novolac. Reduciendo el contenido de
10 agua por debajo de 1,0 % en peso se obtiene un resol con
una gran viscosidad (superior a 50.000 cps) que es difí-
cil de mezclar y manipular.

Los resoles del tipo producido en el Ejemplo 1 pue-
den reaccionar con un poli-isocianato aromático, en con-
15 diciones adecuadas, para dar los productos mejorados del
presente invento. En el procedimiento del presente inven-
to puede utilizarse cualquiera de los poli-isocianatos
normalmente empleados en la producción de espumas de poli-
uretano y a continuación damos una lista representativa
de estos poli-isocianatos:

20 TABLA I

Poli(isocianato de fenilmetilo) (v.g. Upjohn "PAPI"
(isocianato polimérico)

Di-isocianatos de tolueno

4,4'-Di-isocianato de 3,3'-dimetildifenilmetano

4,4'-Di-isocianato de difenilmetano

25 El medio de reacción para formar la espuma también
incluye un catalizador adecuado del tipo utilizado en la
formación de espuma de poliuretano. La siguiente lista
contiene los catalizadores representativos que pueden ser
empleados en este procedimiento:

30

375729

21



TABLA II

Diacetato de dibutilestaño

Dilaurato de dibutilestaño

Acetato de cinc

Acetato sódico

Mezcla de trietilendiamina y dimetiletanolamina

Mezclas de los acetatos de mercurio (ico), cinc y sodio

Mezclas de aminas y ésteres de estaño.

Nuestras experiencias indican que una relación de 1,3 a 1,0 partes de resol por 1,0 partes de un di-isocianato aromático proporciona la mejor espuma en lo que se refiere a tiempo de espumado, tiempo de subida, resistencia al calor y resistencia física. Partiendo de un resol dentro de esta gama de composición, se ha determinado que un contenido en agua inferior al 3 % en peso aproximadamente, y preferiblemente de 1 a 3 % en peso, proporciona las mejores propiedades físicas globales de la espuma.

La inflamabilidad de las espumas se determina en un ensayo del tipo de chimenea, utilizando una sencilla chimenea de frente de vidrio, cuadrada, forrada de aluminio, cuyas dimensiones son 2,25" x 2,25" x 12" (5,71 cm x 5,71 cm x 30,5 cm). Se ajusta la llama de un mechero Bunsen de forma que los conos de la llama interno y externo tengan una longitud de 1 a 1,25" (2,5 a 3,17 cm) y presenten una temperatura de la llama interior de $1750 \pm 10^{\circ}\text{F}$ ($954,5 \pm 5,5^{\circ}\text{C}$). Esta llama se mantiene en contacto con una pieza de espuma, de $3/4"$ x $3/4"$ x 5" de longitud (1,90 x 1,90 x 12,7 cm), montada verticalmente en la chimenea, durante un periodo de 10 segundos. Se determinan y

375729

21 E



1 registran el tiempo de combustión y el peso retenido después de la combustión. La siguiente tabla muestra los resultados obtenidos bajo diversas condiciones:

5	Resol (g)	"PAPI" (g)	Agua % en peso	Tiempo de combustión (segundos)	Porcentaje en peso retenido	Comentarios
	78,5	31,5	3,1	no ensayado	no ensayado	
	70,0	40,0	3,1	"	"	
	49,0	61,0	3,1	16,1	62,3	Vulc. temp. amb.
	-	-	-	11,6	69,3	Vulc. 135°C
10	60,5	49,0	3,1	12,2	75,3	Vulc. temp. amb.
	-	-	-	9,7	84,3	Vulc. 135°C
	60,0	50,0	3,1	11,6	73,6	Vulc. temp. amb.
	-	-	-	9,8	84,3	Vulc. 135°C
	55,0	55,0	3,1	12,7	69,7	Vulc. temp. amb.
15	-	-	-	9,7	76,4	Vulc. 135°C
	49,0	61,0	3,1	11,6	69,2	Vulc. temp. amb.
	-	-	-	12,2	75,3	Vulc. 135°C
	60,0	50,0	1,5	12,2	75,3	Vulc. temp. amb.
	-	-	-	9,7	84,8	Vulc. 135°C
20	60,0	50,0	2,5	11,6	74,7	Vulc. temp. amb.
	-	-	-	9,2	79,1	Vulc. 135°C
	60,0	50,0	3,1	11,6	73,6	Vulc. temp. amb.
	-	-	-	9,8	84,3	Vulc. 135°C
	60,0	50,0	4,5	13,3	70,1	Vulc. temp. amb.
25	-	-	-	11,2	77,9	Vulc. 135°C
	60,0	50,0	5,5	14,5	76,6	Vulc. temp. amb.
	-	-	-	9,4	79,4	Vulc. 135°C
30	Espuma de poliisocianato comercial (no arde por el método ASTM D 1692)			21,5	27,9	Curado desconocido

375729

21 E



1

El efecto de un post-curado prolongado sobre las espumas es ilustrado en la siguiente tabla, utilizando espumas del tipo empleado en los ejemplos anteriores:

5

<u>Resol</u> <u>(g)</u>	<u>"PAPI"</u> <u>(g)</u>	<u>Densidad</u> <u>de la espu</u> <u>ma (lb/ft</u> <u>(g/cc)</u>	<u>Compre-</u> <u>sión per</u> <u>manente</u> <u>(pst)</u>	<u>Tiempo de</u> <u>combus-</u> <u>ción</u> <u>(segundos)</u>	<u>Porcentaje</u> <u>en peso (re</u> <u>tenido)</u>
----------------------------	-----------------------------	---	---	--	---

10

(A) Post-curado a 275°F (135°C) durante 1 hora

92	77	1,90 (0,0304)	26,9	10,4	88,7
92	77	1,87 (0,0299)	27,4	10,2	86,4

15

(B) Post-curado a 325°F (162,7°C) durante 1 hora

109	91	2,58 (0,0413)	21,8	3,0	98,0
-----	----	------------------	------	-----	------

(C) Post-curado a 355°F (179,4°C) durante 1 hora

92	77	1,58 (0,0253)	21,3	10,0	95,6
92	77	1,73 (0,0277)	19,3	10,0	94,7

20

(D) Post-curado a 355°F (179,4°C) durante 30 minutos, seguido de post-curado a 400°F (204,4°C) durante 45 minutos

109	91	3,15 (0,0577)	32,3	7,0	97,9
109	91	3,16 (0,0593)	20,9	8,0	97,7
109	91	3,80 (0,0609)	40,0	2,0	98,2
109	91	3,10 (0,0497)	34,2	1,0	98,0

25

(E) Post-curado a 375°F (190,5°C) durante 1 hora

85	85	1,68 (0,0269)	24,0	8,0	95,6
----	----	------------------	------	-----	------

30

Las espumas denominadas A a C se preparan a partir de un resol que contiene 2,8 % de agua, mientras que las denominadas D y E se preparan a partir de un resol contien-



375729

2.1

1 do 3,1 % de agua.

5 Aunque el ejemplo anterior trata de espumas preparadas a partir de resoles del tipo fenólico, las mejoras del presente invento también pueden ser obtenidas utilizando como material de partida derivados polimetilólicos de otros compuestos que forman resinas termoendurecibles, como evidencian los siguientes ejemplos.

EJEMPLO 2

10 El pH de 600 ml de una solución acuosa de formaldehído al 40 % se ajusta a un valor de 7,5-8,0 con solución acuosa al 10 % de hidróxido sódico. Se disuelven 120 g de urea en esta solución y se lleva a reflujo durante 2 horas. Se separan a vacío (40 a 50 mm de mercurio) 344 ml de agua en total, quedando un fluido incoloro y viscoso. La relación molar de formaldehído a urea es de 4:1. El contenido en sólidos de la resina obtenida es del 68 %, cuyo valor se determina calentando un peso conocido de resina a 150°C durante 2 horas. Se encuentra un elevado contenido en formaldehído residual de aproximadamente el 12 % en peso.

15 La espuma se produce a partir del producto anterior por el siguiente procedimiento. Se mezclan dos gotas de dilaurato de dibutilestaño como catalizador y 10 gotas de hidróxido amónico concentrado con 20 g de la resina en un mezclador de gran velocidad, durante 20 segundos. Después se mezclan con la resina 20 g de "PAPI" (poli-isocianato de fenilmetilo), durante 30 segundos. Se obtiene un tiempo de espumado de 30 segundos y la espuma presenta un tiempo de subida de 150 segundos. La espuma es de celdilla fina, con una densidad de 1,2 a 1,5 libras/pie³ (0,0192 a 0,0240 g/cc)

20

25

30



1 y resiste una hora de calefacción a 205°C sin excesivo en-
cogido o decoloración.

EJEMPLO 3

5 Se añaden 126 g de melamina a 825 g de una solu-
ción acuosa al 40 % de formaldehído y el pH de la solución
se ajusta a 7,0. La mezcla se calienta durante 1 1/2 horas
a 80°C y después se separan 490 ml de agua a un vacío de
40 a 50 ml de mercurio. Se obtiene un jarabe transparente
como el agua.

10 A partir de esta polimetilol-melamina se produce
una espuma mezclando 20 g de la resina con tres gotas de
dilaurato de dibutilestaño y 15 gotas de hidróxido amónico
concentrado. Después se agregan 20 g del poli-isocianato
"PAPI" y se mezcla a gran velocidad durante 30 segundos.
15 La mezcla espuma en 20 segundos y tiene un tiempo de subida
de 150 segundos. Se obtiene una espuma resistente y ligera
que resiste una temperatura de 205°C durante 1 hora. La es-
tructura de la espuma arde cuando se expone a la llama de
un mechero Bunsen, pero la llama se auto-extingue inmedia-
tamente.

20

EJEMPLO 4

25 Se mezclan 186 g de anilina con 300 ml de benceno
y 4 g de carbonato sódico, después de lo cual se añaden con
agitación 300 g de una solución acuosa al 40 % de formal-
dehído. Se produce una reacción exotérmica. La temperatura
de la mezcla de reacción se mantiene entre 36°C y 40°C, con
un baño de agua fría. La mezcla se mantiene a esta tempera-
tura durante 1 hora y 15 minutos. Durante la reacción se
forman dos fases. La capa superior orgánica se separa y se
lava con 60 ml de solución acuosa fría al 5 % de sulfato

30

375729²¹



1 sódico. Después la capa orgánica se lava tres veces con por-
ciones de 100 ml de agua destilada. Se separa el benceno en
un evaporador instantáneo produciendo 230 g de una resina
viscosa blanca. El contenido de formaldehído residual en la
5 resina es de 8,1 g por 100 ml.

Se combinan 20 g de la resina con dos gotas de di-
laurato de dibutilestafío como catalizador y cinco gotas de
hidróxido amónico concentrado, mezclando íntimamente. Des-
pués se agregan 20 g de poli-isocianato "PAPI" y se mezcla
10 íntimamente. Se obtiene una estructura de espuma con un
tiempo de espumado de 10 segundos y un tiempo de subida de
1,5 minutos.

EJEMPLO 5

15 Se disuelven 171 g (1 mol) de p-toluensulfonamida
en 500 ml de éter conteniendo 5 g de carbonato sódico. A
esta mezcla se agregan 150 g de solución acuosa al 40 % de
formaldehído (2 moles). La mezcla se agita a 30°C durante
3 horas. Las dos fases resultantes se separan en un embudo
de decantación y la capa acuosa se despreca. Se elimina el
20 éter por destilación a vacío en un evaporador instantáneo
dando un jarabe viscoso blanco.

Se mezclan 30 g de la resina con tres gotas de di-
laurato de dibutilestafío, 15 gotas de hidróxido amónico con-
centrado y 10 g de "PAPI". La espuma producida tiene un
25 tiempo de espumado de 50 segundos y un tiempo de subida de
2,5 minutos.



1 PREPARACION DE RESOLES DE FENOL-FORMALDEHIDO DE BAJA VISCO-
5 SIDAD, BAJO CONTENIDO EN AGUA Y BAJO FORMALDEHIDO LIBRE RE-
 SIDUAL

 También hemos encontrado que aumentando la cantidad
6 de hidróxido sódico utilizada para catalizar la reacción,
 pueden obtenerse fácilmente resoles con un contenido en for-
 maldehido libre mucho más bajo y una viscosidad menor. Apa-
 rentemente, la formación de fenato sódico seguido de reac-
 ción del mismo con formaldehido produce más metilol-fenoles
10 no polimerizados que con pequeñas proporciones de hidróxi-
 do sódico-catalizador (como las descritas anteriormente).

EJEMPLO 6

 Los procedimientos utilizados en la producción de
 estos resoles son los siguientes:

15 Se agrega hidróxido sódico (como solución al 50 %
 en agua) a un fenol al 88 % para formar el fenato sódico.
 Esta reacción es bastante rápida y desprende calor, siendo
 necesario, por lo tanto, efectuarla en un reactor frío, pro-
 visto de doble pared, a temperaturas no superiores a 60°C.
20 Una vez completada la reacción, la mezcla se enfría a 25°C
 y se agrega el formaldehido. La reacción se inicia calentando
 a 60-70°C pasando después a reflujo a 93-95°C sin necesi-
 dad de continuar calentando. Los tiempos de reacción son
 bastante cortos, siendo normalmente inferiores a 5 minutos
25 frente a las 1,25 horas dadas anteriormente en el Ejemplo 1.
 Después de completada la reacción, la mezcla se lleva a
 pH 4,0-4,5 con ácido sulfúrico al 50 % y el agua se separa
 por decantación de las dos fases que se forman y destila-
 ción a vacío de la fase orgánica a 2-10 mm de mercurio y
30 40-50°C. En la siguiente tabla se dan los resultados obte-



375729²¹

1
5
10
15
20
25
30

nidos:

Sustancias reaccionantes			Producto			
Fenol Moles	Formal dehidro, moles	NaOH, moles	Tiempo de reacción, minutos	Viscosidad cps (25°C)	Formal dehidro libre, g/100 ml	Agua residual, % en peso
7,0	14,0	7,0	1,5	1.600	0,2	5,0
5,0	10,0	2,5	2,5	3,500	0,4	4,8
5,0	10,0	1,25	4,5	23.000	0,4	3,3
5,0	10,0	1,0	1,5	2.900	0,45	3,8
7,0	17,5	7,0	1,5	6.500	1,61	3,3
7,0	21,0	7,0	5,0	8.200	4,3	4,4

Debe observarse que la relación de hidróxido sódico a fenol (en moles) es de 1,0:1,0, 0,3:1,0, 0,25:1,0 y 0,2:1,0 en el caso de los cuatro primeros ejemplos anteriores. En los dos últimos ejemplos se utiliza 1 mol de NaOH por cada mol de fenol pero los dos últimos ejemplos utilizan mayores cantidades de formaldehído, a saber 2,5:1,0 (CH₂O a fenol) y 3,0:1,0 mientras que la relación NaOH/fenol se mantiene en 1,0:1,0. Para mantener en un valor mínimo el formaldehído libre, es preferible utilizar de 1 a 4 moles de formaldehído por cada mol de hidróxido sódico.

Estos resoles son mucho más reactivos con los poli-isocianatos que los típicos del Ejemplo 1. No se requiere catalizador para producir una reacción de espumado. Se obtienen unos tiempos de espumado de solamente 20 segundos, produciéndose un aumento completo de la temperatura en 60 a 80 segundos. Se producen con bastante rapidez unas subidas altas (espumas ligeras). El post-curado de estas espumas da una espuma resistente a la combustión.

Las espumas de poliuretano producidas de acuerdo

375729



REIVINDICACIONES

1
5
10
15
20
25
30

1. Un método de preparación de una espuma retardante de la combustión que consiste en proporcionar una resina de metilol constituida por el producto de reacción de un precursor de resina de metilol y un aldehído, conteniendo dicho producto de reacción grupos metilol reactivos y teniendo un pH no inferior a 3,0 y un contenido en agua no superior al 10 % en peso aproximadamente y hacer reaccionar dicha resina de metilol con un poli-isocianato aromático en la relación de 0,6 a 5 partes en peso, aproximadamente, de resina de metilol por cada parte en peso de poli-isocianato, en presencia de un medio alcalino, para formar un producto auto-espumante.

2. Un método según la Reivindicación 1, en el que dicha resina de metilol se encuentra presente en la proporción de 0,6 a 1,3 partes en peso, aproximadamente, por cada parte en peso de dicho poli-isocianato.

3. Un método según la Reivindicación 1, en el que el citado precursor de resina de metilol es un fenol.

4. Un método según la Reivindicación 1, en el que el citado precursor de resina de metilol es urea.

5. Un método según la Reivindicación 1, en el que el citado precursor de resina de metilol es melamina.

6. Un método según la Reivindicación 1, en el que el citado precursor de resina de metilol es anilina.

7. Un método según la Reivindicación 1, en el que el citado precursor de resina de metilol es p-toluensulfonamida.

8. Un método según la Reivindicación 1, en el que el producto espumado es curado a una temperatura comprendi-

375729

21



1 da entre 250° y 500°F (121° y 260°C).

5 9. Un método de preparación de una espuma retardante de la combustión que consiste en proporcionar un polimetilol-fenol con un contenido en agua no superior al
10 3 % aproximadamente, teniendo dicho fenol una viscosidad no superior a 50.000 centipoises a 25°C y no menos de 3,0 pli (0,536 kg/cm), hacer reaccionar dicho fenol con un poli-isocianato aromático en la proporción de 0,6 a 1,3 partes en peso del fenol por cada parte en peso de poli-isocianato, en presencia de un medio alcalino, para formar un producto auto-espumante y curar el producto resultante a una temperatura comprendida entre 250° y 500°F (121° y 260°C).

15 10. Un método según la Reivindicación 9, en el que dicho polimetilol-fenol es el producto de reacción de 2 moles de formaldehído con 1 mol de fenol, en presencia de 1/4 a 1 moles de hidróxido sódico.

20 11. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita: "UN METODO DE PREPARACION DE UNA ESPUMA RETARDANTE DE LA COMBUSTION".

25 Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente Memoria descriptiva, que consta de diecinueve - páginas mecanografiadas.

Madrid, 21 de enero 1970
BERNARDO UNGRIA

P.P.

30