

384500



SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE <u>P08</u>
SUBCLASE <u>G</u>

NUMERO 384.500

## MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de un...

### PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: SCOTT PAPER COMPANY.

RESIDENCIA: Industrial Highway at Tinicum Island  
Road, DELAWARE COUNTY, Pennsylvania, USA.

ENUNCIADO: "MEJORAS INTRODUCIDAS EN UN METODO PARA  
LA PRODUCCION DE UNA COMPOSICION FORMA-  
DORA DE POLIURETANO ESPUMABLE".

Prioridad: Patente estadounidense n.º 871.813 del 14-10-69

es

**POOR  
QUALITY**

384500

- 2 -



1 Este invento se refiere a nuevas composiciones  
y espumas de poliuretano flexible que son retardantes de  
la combustión, intumescentes y no combustibles y a un pro-  
cedimiento para la producción de las mismas. Más especial-  
5 mente, este invento se refiere a espumas de poliuretano  
flexible derivadas de composiciones de poliuretano que com-  
prenden como ingrediente modificante, contenido en su se-  
no, una mezcla de a) un compuesto que contiene nitrógeno  
y fósforo, como un polifosfato amónico y b) una sustancia  
10 nitrogenada constituida por un poliol nitrogenado, tal co-  
mo una polialquilenpoliamina sustituida con N-alquilol.  
Hasta la fecha, no existe ninguna espuma de poliuretano  
flexible, no combustible comercialmente aceptable.

15 Los poliuretanos son polímeros que contienen li-  
gandos repetidos de  $>NC(O)OR$ -uretano. Estos polímeros se  
preparan por reacción de un poli-isocianato con un compues-  
to con una pluralidad de hidrógenos activos. Por compuesto  
con hidrógeno activo se entiende un compuesto que da un en-  
sayo positivo de Zerewitinoff. Las resinas de poliuretano  
20 pueden transformarse en espumas con excelentes resisten-  
cia, duración, baja densidad, color claro, tamaño unifor-  
me de celdilla y buenas propiedades de aislamiento térmico  
y pueden ser utilizadas para muchos fines diversos, tales  
como forros de alfombras y forros de prendas de vestir.

25 Desgraciadamente, las espumas de poliuretano ar-  
den rápidamente cuando son encendidas, es decir, mantienen  
la combustión siendo por lo tanto inadecuadas para ciertos  
usos en los que el fuego constituye un peligro. Por consi-  
guiente, es deseable fabricar espumas de resina de poliur-  
30 retano que no sean combustibles o que por lo menos sean

384500

- 3 -



1 auto-extinguibles y, si es posible, intumescentes, con ob-  
jeto de eliminar o reducir al mínimo el riesgo de incendio.  
Por "no combustible" se entiende que no existe evidencia  
de ignición, tal como llama o rescoldo progresivo después  
5 de haber separado una llama directa. Por "auto-extinguible"  
se entiende que el material es incapaz de arder o mantener  
una llama durante más de un corto tiempo después de haber-  
lo separado de una llama directa en la que ha sido calen-  
tado y encendido. Por "intumesciente" se entiende que el ma-  
10 terial se hincha y se carboniza expuesto a la llama y for-  
ma una barrera aislante retardante de la combustión entre  
la llama y las porciones no expuestas de la espuma.

En general, los métodos de la técnica anterior  
para la producción de una espuma de poliuretano retardan-  
15 te de la combustión han tenido más éxito en los sistemas  
de espumas rígidas que en los sistemas de espumas flexi-  
bles. Los métodos de la técnica anterior pueden ser clasi-  
ficados generalmente en tres categorías, a saber, 1) incor-  
poración de aditivos no reactivos en los reactantes espu-  
20 mables, 2) revestimiento de la espuma con materiales retar-  
dantes de la combustión y 3) incorporación de compuestos  
retardantes de la combustión que contienen grupos funcio-  
nales que se unen químicamente a la cadena polimérica.

No puede predecirse ningún modelo general de pro-  
25 piedades de combustión para una composición de poliuretano  
espumable que contenga una mezcla de agentes retardantes  
de la combustión y/o productores de intumescencia. Normal-  
mente es imposible predecir si una mezcla de dos o más agen-  
tes retardantes de la combustión, auto-extinguibles y/o  
30 productores de intumescencia, producirán una combinación

384500



1 de propiedades retardantes de la combustión y/o actividad  
intumescente, basándose en sus características individua-  
les. Es posible que cuando se combinan compuestos inhibi-  
dores de la combustión, la mezcla resultante sea incluso  
5 menos efectiva que cuando se utilizan separadamente los  
componentes individuales porque un compuesto puede ejer-  
cer un efecto antagonístico sobre el otro compuesto que  
reduce su actividad inhibidora de la combustión. En gene-  
ral, en el mejor de los casos la actividad de la mezcla es  
10 solamente aditiva. Sería inesperado que la mezcla resultan-  
te, además de controlar la inflamabilidad de la espuma de  
poliuretano, proporcionara una masa carbonizada intumescen-  
te resistente a la llama que controle la combustión mejor  
que el control aditivo de los componentes activos indivi-  
15 duales en las composiciones.

De acuerdo con el invento, se proporciona una -  
composición formadora de poliuretano espumable que compren-  
de los ingredientes formadores de poliuretano y como ingre-  
diente impartidor de incombustibilidad una mezcla de a)  
20 un compuesto conteniendo nitrógeno y fósforo y b) una sus-  
tancia nitrogenada constituida por un poliol nitrogenado.

Los componentes a) y b) serán definidos con más  
detalle a continuación.

25 Las espumas de poliuretano flexibles no combus-  
tibles se obtienen en la práctica de este invento a la mez-  
cla de reacción de poliuretano espumable por lo menos 10  
partes por ciento (ppc) de la mezcla total de a) y b), ba-  
sado sobre 100 partes en peso de poliéster-poliol. La rela-  
ción de a) a b) es de 1:1 como mínimo; la relación prefe-  
30 rida es de 3:1 a 6:1 aproximadamente. La relación de a) a b)



1 variará con la composición particular de la mezcla de reac-  
ción espumable.

5 La mezcla de componentes a) y b) representa una  
combinación sinérgica de forma que cuando una cantidad to-  
tal dada de la mezcla es dispersada uniformemente en el se-  
no de la mezcla de reacción espumable, comunica mayores  
propiedades retardantes de la combustión, intumescentes y  
no combustibles a los polímeros de uretano espumado que la  
misma cantidad de cualquiera de los componentes a) o b) -  
10 utilizados por sí solos. En situaciones en las que una can-  
tidad de a) o b) utilizados solos producen cierto efecto  
retardante de la combustión en los polímeros de uretano,  
una cantidad menor de la combinación sinérgica de a) y b)  
producirá un grado por lo menos igual o superior de propie-  
15 dades retardantes de la combustión.

20 Cuando el componente a) es utilizado solo como  
aditivo en la misma mezcla de reacción espumable, el tiem-  
po de requemado aumenta ligeramente pero la espuma todavía  
continúa ardiendo y mantiene una llama incluso después de  
haber sido separada de la llama directa. Cuando el compo-  
nente b) es utilizado solo como aditivo en una mezcla de  
reacción de poliuretano espumable, la espuma resultante  
no se comporta de forma distinta a la espuma no tratada  
en los ensayos de requemado. Por ejemplo, una muestra de  
25 ensayo de espuma de poliuretano de 2 pulgadas (5 cm) de  
espesor es requemada en menos de medio minuto cuando se  
pone en contacto con una llama directa a alta presión, a unos  
1500°F (815°C). Por lo tanto, resultó sorprendente encon-  
trar que una mezcla de a) y b) como ingrediente modifica-  
30 dor en una mezcla de reacción espumable producía una espu-

384500

- 6 -



1 ma no combustible e intumescente que requería alrededor de  
6 minutos de contacto directo con una llama directa a alta  
presión antes de que la muestra de ensayo de 2 pulgadas  
5 (5 cm) fuera quemada, sin producción de llamas o gotitas  
de masa fundida. El método de ensayo particular es descri-  
to más adelante.

Una ventaja significativa en las espumas produ-  
cidas en el presente invento es que reducirán la pérdida  
de vidas y propiedades en constante aumento a causa de los  
10 incendios, debido a que se hinchan o intumescen y carboni-  
zan cuando son expuestas a la llama y forman una barrera  
aislante retardante de la combustión entre la llama y las  
porciones no expuestas de la espuma. La masa carbonizada  
o costra formada sobre la espuma después de su exposición  
15 al calor proporciona una gran resistencia al flujo de ca-  
lor entre la fuente calorífica y la estructura. Una masa  
carbonizada tiene una conductividad térmica baja y una gran  
resistencia a la oxidación de forma que no solamente pro-  
porciona protección en virtud de su baja conductividad -  
20 térmica sino que su superficie alcanza una alta temperatura y  
de esta forma irradia de nuevo una gran fracción de la car-  
ga térmica incidente. Las nuevas espumas de poliuretano de  
este invento se caracterizan por una multiplicidad de meca-  
25 nismos protectores, tales como propiedades de auto-extin-  
ción, propiedades intumescentes y propiedades de carboniza-  
ción que responden para proporcionar protección en la ex-  
posición a un fuego. Además, una nueva espuma de este in-  
vinto inhibe la formación de gotitas calientes o flameantes  
que pueden producir daños excesivos incluso aunque la lla-  
30 ma haya sido extinguida o inhibida. Fue inesperado el des-

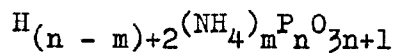
384500

- 7 -



1 cubrimiento de las nuevas propiedades exhibidas por las es  
pumas flexibles de este invento porque las enseñanzas de  
la técnica anterior, tales como la patente estadounidense  
3.418.267, indicaban que cuando se combinan con las poli-  
5 das los retardantes de la combustión conocidos, como los  
fosfatos, no pueden reducir la inflamabilidad de dichas po-  
liamidas sino que ejercen el efecto opuesto de catalizar  
la pirólisis de la poliamida y reducir su temperatura de  
ignición.

10 Son representativos del componente a) de este in-  
vento los fosfatos nitrogenados, como fosfato monoamónico,  
fosfato diamónico, polifosfatos amónicos, fosfato de mela-  
mina, fosfato de guanilurea y fosfato de urea. Entre los  
polifosfatos amónicos representados por el componente a)  
15 adecuados para uso en la combinación sinérgica de este  
invento, se encuentran los compuestos de fórmula general:



donde n es un entero con un valor medio superior a 10 y  
m/n está comprendido aproximadamente entre 0,7 y 1,1 y el  
20 valor máximo de m es igual a n+2. Los polifosfatos amónicos  
pueden ser preparados condensando térmicamente un material  
fosfatado, como ortofosfato monoamónico, ortofosfato dia-  
mónico, ácido fosfórico condensado, ácido ortofosfórico y  
similares con un agente de amoniación y condensación como  
25 urea, carbonato amónico, biuret, sulfamida, ácido sulfámi-  
co, sulfamato amónico, guanilurea, 1,3-diaminourea, biurea  
y similares. En particular, por ejemplo, pueden condensar-  
se térmicamente el ortofosfato monoamónico y la urea para  
preparar polifosfatos amónicos sustancialmente insolubles  
30 en agua, por tratamiento térmico de una masa fundida formada

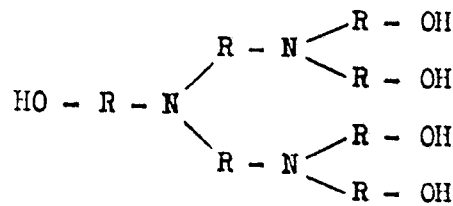
384500<sup>-8-</sup>

16



1 a partir de cantidades prácticamente equimoleculares, a una temperatura de 250°C aproximadamente durante un periodo de unas 3 horas.

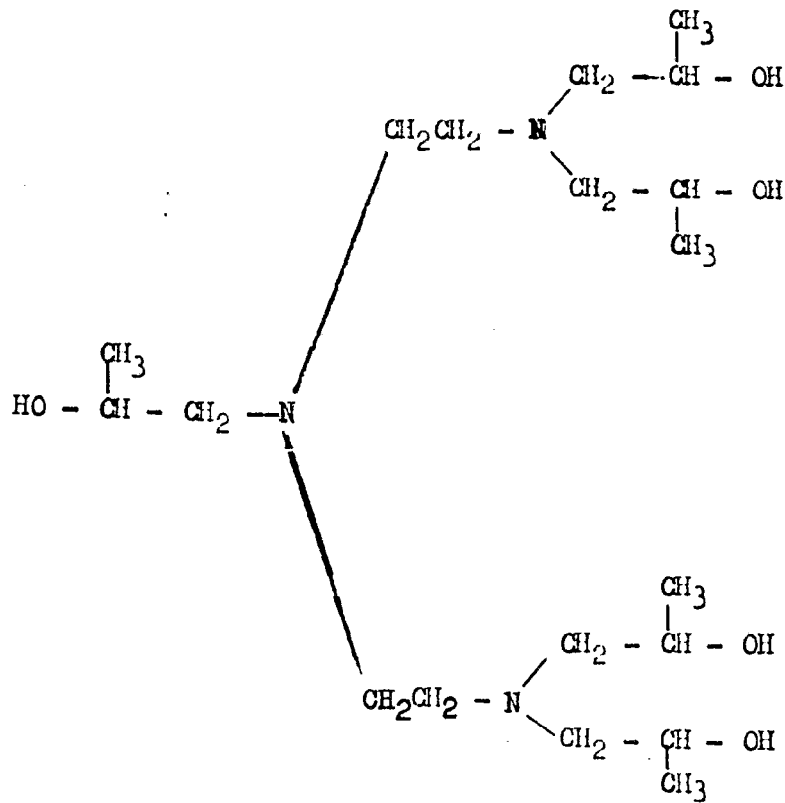
5 El componente b), el poliol nitrogenado, puede ser de fórmula



10

donde R es un grupo alquileo seleccionado entre etileno, propileno, isopropileno y similares. El poliol nitrogenado preferido es una polialquilenpoliamina sustituida con N-alquilol de fórmula

15



20

25

30



1918

384500

1

En el presente invento, la nueva combinación sinérgica de a) y b) se combina con un poliol, un poli-isocianato orgánico, un catalizador adecuado, un agente espumante y, si se desea, un agente tensoactivo, para producir las espumas de poliuretano no combustibles e intumescentes de este invento. Pueden incorporarse otros diversos aditivos al polímero junto con los agentes sinérgicos actualmente descritos, tales como cargas, pigmentos, colorantes, plastificantes y estabilizantes.

5

10

La combinación sinérgica de a) y b) puede ser mezclada con uno cualquiera o más de los diversos componentes de la composición de reactantes implicada en la fabricación del material de poliuretano. Todos los componentes, incluida la combinación sinérgica, pueden ser mezclados y polimerizados los componentes reaccionantes o bien la combinación sinérgica puede ser mezclada con uno o más de ellos, es decir con el poliol, antes de mezclar con los restantes componentes. La combinación sinérgica puede ser combinada con el poliol y/o el poli-isocianato o con los reactantes catalíticos por diversos métodos. El poliol, el poli-isocianato, el catalizador y los materiales sinérgicos pueden ser medidos y bombeados y/o cargados en una vasija mezcladora común y después la mezcla resultante puede ser trasladada fácilmente al punto de polimerización para uso en moldes, material en planchas, etc. La combinación sinérgica también puede ser mezclada con el reactante poliol antes de ser combinado con el reactante poli-isocianato. También pertenece al campo del invento el mezclar la combinación sinérgica con el poli-isocianato antes de combinar esta mezcla con el reactante poliol. Sin embargo, si se mezcla un catalizador,

15

20

25

30



1913

# 384500

1 tal como una amina terciaria, y la combinación sinérgica  
y se dejan en reposo a la temperatura ambiente durante perio  
dos sustanciales de tiempo, pueden producirse reacciones.  
Por lo tanto, se prefiere mezclar simultáneamente el poliol,  
5 el poli-isocianato y/o el catalizador y los componentes si-  
nergéticos o mezclar primero el poliol y/o el poli-isociana-  
to con la combinación sinérgica y después combinar esta  
mezcla con el catalizador. Por ejemplo, algunas veces es  
ventajoso preparar una mezcla de poliol y combinación sinér  
10 gética antes de combinar todos los ingredientes en la fabri-  
cación de los nuevos productos de espuma de poliuretano de  
este invento.

En la práctica de este invento puede emplearse un  
poliol orgánico, tales como dioles y poliéter, poliéster y  
15 poliéster-amida-poliolios con átomos de hidrógeno que son  
reactivos con los isocianatos. Sin embargo, se prefiere el  
uso de poliéster-poliolios. Generalmente los poliolios tienen  
pesos moleculares comprendidos entre 62 y 5000 aproximada-  
mente y contienen de 2 a 8 o 10 o más grupos hidroxilo por  
20 molécula y de 0,5 a 25 % en peso aproximadamente de conte-  
nido en hidroxilo. Algunos presentan contenidos en hidroxilo  
incluso mayores. Generalmente presentan unos índices de hi-  
droxilo desde alrededor de 50 hasta 500 o incluso 700. Es-  
tos materiales son denominados convenientemente reactante  
25 "poliol".

Las moléculas hidroxiladas que han sido preparadas  
por reacciones del tipo de esterificación a partir de áci-  
dos o anhídridos polifuncionales y alcoholes polifuncionales  
pueden ser utilizadas como compuestos con hidrógeno activo  
30 en la preparación de los sistemas de poliuretano. Con fre-

384500



1 cuencia estos compuestos son denominados poliéster-poliol.  
Los ácidos típicos utilizados para la preparación de estos  
poliéster-poliol son los ácidos adípico, maleico, ftáli-  
co, succínico, fumárico, tetrahidroftálico, cloréndico y  
5 tetracloro-ftálico. Los poliols típicos son etilenglicol,  
propilenglicol, butilenglicol, dietilenglicol y dipropilen-  
glicol, polietilenglicoles, polipropilenglicoles, glicerina,  
trimetilolpropano, hexanotriol, pentaeritritol, sorbitol  
y similares. Los ácidos mencionados pueden utilizarse  
10 en forma de anhídrido, si así se desea, cuando existan en  
esta forma.

En la preparación de los poliéster-poliol, se hace  
reaccionar cualquiera de los diversos ácidos o anhídridos po-  
lifuncionales o mezclas de los mismos con cualquiera de los  
15 glicoles o poliols o mezclas de los mismos, utilizando un  
exceso estequiométrico de los grupos hidroxilo de forma que  
el producto poliólico final contenga predominantemente gru-  
pos hidroxilo terminales. El grado de funcionalidad hidroxí-  
lica y el porcentaje de hidroxilo es variado fácilmente para  
20 proporcionar los poliols deseados mediante la tecnología y  
las técnicas conocidas por los expertos. Algunos poliols  
útiles que contienen hidrógeno activo incluyen la gran fa-  
milia de compuestos aductos que resultan cuando se adiciona  
óxido de etileno, óxido de propileno, óxido de 1,2- y 2,3-  
25 butileno u otros óxidos de alquilenos a compuestos con hidró-  
geno activo como los glicoles y poliols representados por  
etilenglicol, propilenglicol, glicerina, metilglucosido, sa-  
carosa, sorbitol, hexanotriol, trimetilolpropano, pentaeri-  
tritol y las diversas alquilaminas y alquilendiaminas y  
30 polialquilenpoliaminas y similares. Pueden adicionarse diver

384500

10



1 sas cantidades de estos óxidos de alquileo a las moléculas  
de poliol o amina de base citadas, lo que depende del uso  
a que se destine el poliuretano. Por ejemplo, cuando se de-  
sea un poliuretano final que sea flexible, debe utilizarse  
5 más óxido de alquileo que para un poliuretano rígido.

Por ejemplo, un poliol para uso en la fabricación de  
espumas flexibles puede estar bien representado por la gli-  
cerina a la que se agrega óxido de propileno suficiente pa-  
ra dar un contenido final en hidroxilo del 1,7 % aproxima-  
10 damente. Este material tendría un peso molecular de alrede-  
dor de 3000 y una relación molar de glicerina a óxido de  
propileno de un mol de glicerina por 50 moles de óxido de  
propileno aproximadamente. Esta técnica de controlar la ri-  
gidez o flexibilidad mediante la selección de la molécula  
de poliol y de la cantidad subsiguiente de óxido de alqui-  
15 leno añadido es muy conocida por los expertos. Además de los  
glicoles y similares que pueden servir como molécula de po-  
liol de base para la adición de los óxidos de alquileo y  
dar así la molécula de "poliol" para la reacción con el po-  
20 li-isocianato, se puede utilizar una molécula de partida  
que contenga grupos amina, primarios y/o secundarios con  
hidrógeno reactivo frente a los óxidos de alquileo. Tam-  
bién aquí la cantidad de óxido de alquileo agregada depen-  
de del uso a que se destinen los productos de poliuretano  
25 finales. De nuevo, para productos flexibles debe emplearse  
más óxido de alquileo para producir polioles con un conte-  
nido en hidroxilo menor, es decir alrededor de 0,1 % a 5  
o 10 %, que para los poliuretanos más rígidos en los que  
con frecuencia se emplean polioles con un porcentaje en pe-  
30 so de hidroxilo comprendido alrededor de 10 % a 15 % o 20 %.



384500

1 típicamente de 10 % a 12 %. Las aminas representativas que  
pueden servir como moléculas que contienen hidrógeno activo  
para la reacción con los epóxidos son las que contienen de  
5 1 a 6 o más nitrógenos amínicos, de las que son ejemplos  
la etilamina, etilendiamina, dietilentriamina, trietilente-  
tramina, tetrapropilpentamina y otras alquilenaminas ali-  
fáticas saturadas lineales, siendo el requisito fundamental  
la presencia de dos centros de hidrógeno activo como mínimo  
y preferiblemente más, por ejemplo de 3 a 8 o 10, a los que  
10 pueda adicionarse el óxido de alquileo.

Los poli-isocianatos orgánicos se hacen reaccionar  
con los polioles antes descritos para preparar poliuretanos.  
En términos amplios el término "poli-isocianato" en el sen-  
tido utilizado aquí significa cualquiera de los poli-isocia-  
15 natos de la técnica anterior que han sido o podían ser uti-  
lizados para preparar poliuretanos. El término incluye los  
isocianatos monoméricos, di-isocianatos y poli-isocianatos  
y prepolímeros de polioles y poli-isocianatos en los que los  
grupos isocianatos se encuentran en exceso, de forma que  
20 existan grupos isocianato libres disponibles para reaccio-  
nar con el poliol adicional. Los poli-isocianatos orgánicos  
útiles para la producción de los poliuretanos son el di-iso-  
cianato de etileno, di-isocianato de etilideno, 1,2-di-iso-  
cianato de propileno, 1,3-di-isocianato de butileno, 1,6-di-  
25 isocianato de hexileno, 1,2-di-isocianato de ciclohexileno  
y los poli-isocianatos aromáticos que contienen de dos a tres  
grupos isocianato por molécula y de 2 a 3 anillos de fenile-  
no como únicos sistemas de anillo cíclico aromático, como  
di-isocianato de m-fenileno, di-isocianato de 2,4-tolueno,  
30 di-isocianato de 2,6-tolueno, 3,3'-dimetil- así como otros

384500

10



1 diversos poli-isocianatos como di-isocianato de 4,4'-bife-  
nileno, di-isocianato de 3,3'-dimetoxi-4,4'-bifenileno,  
di-isocianato de 3,3'-difetil-4,4'-bifenileno, di-isocia-  
5 nato de 4,4'-bifenileno, di-isocianato de 3,3'-dicloro-  
4,4'-bifenileno, tri-isocianato de trifenilmetano, di-iso-  
cianato de 1,5-naftaleno y similares.

El catalizador útil, o material iniciador, que puede  
ser utilizado como componente "catalizador" comprende las  
aminas terciarias, individualmente o en mezcla, como N-al-  
10 quilmorfolinas, tal como N-etilmorfolina y N,N-dialquilciclo  
hexilaminas donde los grupos alquilo son metilo, etilo,  
propilo, butilo, etc. y también trietilamina, tripropilami-  
na, tributilamina, triamilamina, piridina, quinoleína, dime-  
15 tilpiperidina, dimetilhexahidroanilina, dietilhexahidroani-  
lina, los productos de reacción de N,N'-dietilaminoetanol  
e isocianato de fenilo, esterimidias, 1-metil-4-(dimetilami-  
noetil)piperazina, N-etiletilenimina, N,N,N',N'-tetrametil-  
1,3-butanodiamina, trietilamina, 2,4,6-tri(dimetilaminome-  
20 til)fenol, tetrametilguanidina, 2-metilpirazina, dimetil-  
anilina y nicotina; y compuestos metálicos como los de bis-  
muto, plomo, estaño, titanio, hierro, antimonio, uranio,  
cadmio, cobalto, torio, aluminio, mercurio, cinc, níquel,  
cerio, molibdeno, vanadio, cobre, manganeso, circonio, etc,  
de los que son ejemplos el nitrato de bismuto, 2-etilhexoa-  
25 to de plomo, benzoato de plomo, oleato de plomo, tricloro-  
fenato sódico, propionato sódico, acetato de litio, oleato  
potásico, tetrabutilestano, triclorato de butilestano, clo-  
ruro estánnico, 1-nonilfenato de tributilestano, octoato  
estannoso, oleato estannoso, di(2-etilhexoato) de dibutil-  
30 estano, óxido de di(2-etilhexil)estano, tetracloruro de ti-



1           tanio, titanato de tetrabutilo, cloruro férrico, tricloro-  
ruro de antimonio, dietilditiofosfato de cadmio, nitrato  
de torio, trifenilaluminio, níqueloceno, etc. El componen-  
te catalizador, como compuesto simple o en forma de mezcla,  
5           puede ser utilizado en cantidades convencionales que habi-  
tualmente oscilan entre 0,05 y 4 partes de catalizador por  
100 partes de reactantes poli-ol-isocianato, en peso.

          En la técnica y tecnología de producción de poliuretanos,  
también es conocido el empleo de las llamadas técnicas  
10           de prepolímero. Se trata de una técnica en la que se  
realiza parte de la reacción implicada en la fabricación  
de un poliuretano, dando un prepolímero de mayor peso mole-  
cular y con grupos terminales resultantes de hidroxilo o  
isocianato, según la estequiometría utilizada en la obten-  
15           ción de este prepolímero. A continuación este prepolímero  
se utiliza para preparar el producto de poliuretano final  
deseado, haciéndolo reaccionar con un poli-isocianato o  
con uno de los polioles deseados, dependiendo, como ya se  
ha mencionado, de si los grupos terminales de prepolímero  
20           son hidroxilo o isocianato, respectivamente. La combinación  
sinérgica de este invento puede ser utilizada también en  
la técnica de prepolímero de producción de poliuretanos.

          Los poliuretanos se utilizan en forma sin espumar  
y en la forma llamada "espuma". En general, se forma un  
25           poliuretano espumado cuando son generados en el interior  
de los reactantes formadores de poliuretano o incorporados  
a los mismos líquidos de bajo punto de ebullición o agentes  
espumantes o hinchantes normalmente gaseosos. Con frecuen-  
cia el calor de reacción hace que estos líquidos de bajo  
30           punto de ebullición o agentes espumantes gaseosos se vola-

384500



1 tilicen, espumando así la composición. En algunos casos el  
punto de ebullición del agente espumante se elige de forma  
que esté muy por debajo de la temperatura ambiente y la  
5 composición puede espumar incluso antes de que se haya pro-  
ducido alguna reacción sustancial entre el poliol y el po-  
li-isocianato reaccionantes o antes de que se haya despren-  
dido calor. Esta técnica es llamada algunas veces "frothing".  
Los agentes espumantes útiles, es decir los agentes induc-  
tores de espuma, pueden ser agregados cuando se desea fa-  
10 bricar espumas, son agua, sola o mezclada con otros compo-  
nentes, v.g. como solución acuosa de una amina terciaria ca-  
talítica y los alcanos clorados y fluorados de 1 a 2 átomos  
de carbono aproximadamente, como los cloroflúormetanos y  
cloroflúoretanos, que se encuentran en el mercado bajo di-  
15 versas marcas registradas, como el "Freon" de E.I. Du Pont  
de Nemours and Company.

Cuando se incorporan agentes espumantes a la compo-  
sición de reactantes, también pueden incorporarse en la  
mezcla diversos estabilizantes convencionales de la espuma  
20 para controlar la cantidad y calidad del poliuretano espu-  
mado obtenido. Para este fin se utilizan diversos agentes  
tensoactivos entre los que se encuentran varios compuestos  
de silicona y mezclas de aceite de silicona, v.g. copolíme-  
ros de bloque de siloxano-oxialquileno vendidos bajo diver-  
25 sas marcas, tales como la "Silicone L-520" (marca registra-  
da) de la Union Carbide Corporation. Para espumar polímeros  
de poliuretano pueden utilizarse alrededor de 5 a 50 partes  
en peso de agente espumante y alrededor de 0,1 a 3 partes  
del agente estabilizador de la espuma por cada 100 partes  
30 en peso de los reactantes poliol y poli-isocianato.



1 Los poliuretanos espumados flexibles obtenidos de  
acuerdo con este invento pueden ser utilizados para filtros  
de aire, células de combustible y atenuadores de sonidos  
para automóviles, aviación, equipo de oficinas e industrial  
5 entretelas para prendas de vestir, aplicadores de cosméti-  
cos, jabones y lociones, productos de cocina, almohadilla-  
dos para debajo de los manteles, almohadillados de muebles,  
forros de alfombras, productos dentales, artículos de un  
solo uso, productos de primeros auxilios, productos ortopédicos  
10 y quirúrgicos, productos decorativos y productos poromé-  
ricos.

EJEMPLOS

15 Para ayudar a los expertos en la técnica a poner en  
práctica el presente invento, se describen los siguientes  
procedimientos a título ilustrativo, dándose las partes y  
porcentajes en peso salvo indicación en contrario.

20 Con objeto de ilustrar más convenientemente las for-  
mulaciones formadoras de poliuretano espumable utilizadas  
para poner en práctica el presente invento, los reactantes  
son identificados por sus marcas registradas o mediante un  
símbolo representativo. Las marcas registradas son las de-  
finidas a continuación. "Fomrez 50" es un poliéster del ti-  
po de adipato de glicol. La expresión "VSD" representa  
25 "Versamid 140" que es una mezcla de productos de condensa-  
ción de poliaminas alifáticas y ácidos grasos insaturados  
polimerizados. L-532 es un agente tensoactivo de organosi-  
licona. "Dabco 33IV" es un catalizador de trietilendiamina.  
La expresión "NEM" representa N-etilmorfolina. La expresión  
"AMPP" representa un polifosfato amónico vendido bajo la  
30 marca registrada de "Phoscheck P30". La expresión "MAIP" re



384500

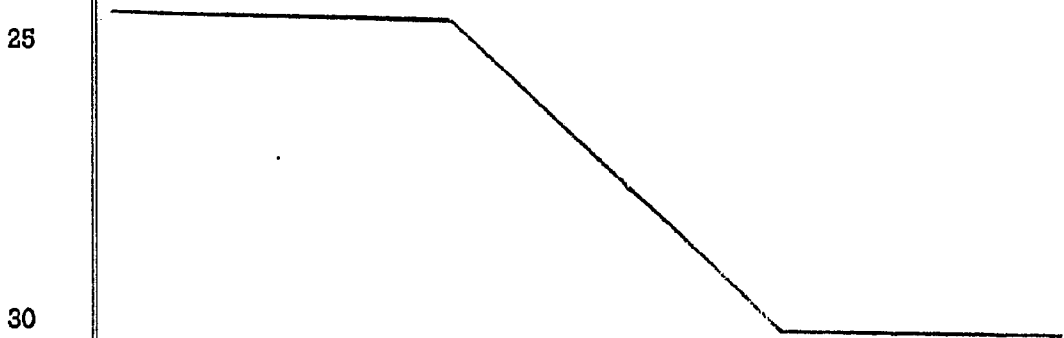
1 presenta fosfato monoamónico. La expresión "TDI" representa  
ta una mezcla 80:20 de los isómeros 2,4 y 2,6 del di-isocianato de tolueno. La expresión "TRN" representa N,N,N',-  
5 N",N"-pentaquis-2-hidroxipropil-dietilentriamina, que es un aminopoliol que responde a la Fórmula VI dada anteriormente. La expresión "Índice" es un término admitido en la técnica que indica la relación entre la cantidad real de poli-isocianato en la mezcla de reacción y la cantidad teórica de poli-isocianato necesaria para reaccionar con to  
10 dos los compuestos con hidrógeno activo presentes en la mezcla de reacción; multiplicado por 100.

Las formulaciones dadas en las Tablas I y II son espumadas en una máquina continua comercial a alta presión, marca Hennecke, que opera con una presión en la cabeza mez  
15 cladora de 15 psi (1,05 kg/cm<sup>2</sup>) a una velocidad del mezclador de 3000 rpm, utilizando una cabeza mezcladora de tres niveles provista de un mezclador del tipo de perno. El principal componente de la resina y el ingrediente comunicador de incombustibilidad se cargan en la cabeza mezcladora en el nivel superior. El poli-isocianato y una porción del sistema catalítico se cargan en la cabeza mezcladora en el nivel central. El resto del sistema catalítico, el sistema tensoactivo y, si se desea, otros aditivos a baja presión se cargan en la cabeza mezcladora a través del nivel inferior. Las características de espumado son un tipo crema (cuando el gas espumante sale de la mezcla de reacción produce una consistencia opaca cremosa) de alrededor de 3 segundos y un tiempo de subida de unos 50 segundos. Las composiciones de las mezclas de reacción se encuentran en las  
20 Tablas I y II en partes por 100, calculadas sobre 100 par-  
25  
30



1 tes en peso de resina poliédica.

5 Las espumas descritas en las Tablas I y II son evaluadas para determinar sus propiedades incombustibles, intumescentes y retardantes de la combustión, mediante un ensayo de quemado en llama directa a alta presión. En el ensayo, unas muestras de 6" x 6" x 2" (15 x 15 x 5 cm) se pone directamente en contacto con una llama directa a alta presión de un mechero comercial National Blast con punta de tipo N.Z., que opera a una presión suficiente para producir aproximadamente 5 pulgadas (12,6 cm) de llama azul. La llama a alta presión se mantiene a 2 pulgadas (5 cm) de la superficie de la espuma más próxima a la fuente de la llama hasta que dicha llama a alta presión requema el lado opuesto de la muestra de ensayo de espuma. En el ensayo, 15 la cabeza del mechero produce una llama a unos 1800°F (982°C) y se colocan verticalmente 2 pulgadas (5 cm) por encima de la muestra de ensayo de forma que la llama quema hacia abajo la dimensión de 2 pulgadas (5 cm) de la muestra de espuma. Se mide el tiempo en minutos desde el contacto inicial de la llama a alta presión con la muestra de espuma hasta el quemado completo. Los tiempos de quemado medios (valor medio basado en 4 muestras), en minutos, se encuentran en las siguientes Tablas I y II.



384500

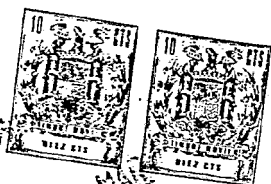
TABLA I  
ILUSTRAS

384500



Ingredientes	Con- trol	A	A1	B	B1	B2	C	C1	C2	D	D1	D2	E	E1	E2	E3	F	F1	F2	F3	F4	F5	F6
Fomez 50	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
Ludice	108	108	108	108	108	108	108	108	108	108	108	108	108	108	108	108	108	108	108	108	108	108	108
NEM	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
L532	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
Agua	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
VSD	-	-	2,0	-	1,0	2,0	-	1	2	-	3	5	-	3	4	5	-	20	2	3	5	7	10
AMPP	-	7,5	5,5	8,5	7,5	6,5	9	8	7	10	7	5	15	12	11	10	20	-	18	17	15	13	10
Minutos para requere- mado	0,5	0,6	0,5	0,7	2,2	2,0	0,8	2,2	2,2	0,6	2,4	1,7	0,5	7,3	9,9	9,1	0,6	0,6	6,7	10,7	9,6	8,3	7,1





384500

TABLA I  
MUESTRAS

<u>C1</u>	<u>C2</u>	<u>D</u>	<u>D1</u>	<u>D2</u>	<u>E</u>	<u>E1</u>	<u>E2</u>	<u>E3</u>	<u>F</u>	<u>F1</u>	<u>F2</u>	<u>F3</u>	<u>F4</u>	<u>F5</u>	<u>F6</u>
100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
108	108	108	108	108	108	108	108	108	108	108	108	108	108	108	108
3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
1	2	-	3	5	-	3	4	5	-	20	2	3	5	7	10
8	7	10	7	5	15	12	11	10	20	-	18	17	15	13	10
2,2	2,2	0,6	2,4	1,7	0,5	7,3	9,9	9,1	0,6	0,6	6,7	10,7	9,6	8,3	7,1

384500



384500

TABLA II  
MUESTRAS

Ingredientes	Con- trol	A	A1	A2	A3	B	B1	C	C1	C2	C3	C4	C5	D	D1	D2	D3	D4	
Fomez 50	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
TDI	38,7	39,9	40,9	41,5	38,7	40,9	38,7	39,9	40,9	42,0	43,1	44,1	38,7	60,3	42,0	43,1	44,1		
Indice	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
LEM	1,0	1,8	1,5	1,0	1,0	2,2	1,2	3,5	2,0	1,5	1,0	1,0	0,4	3,0	1,0	2,0	1,5	1,5	1,5
I532	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
Agua	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0
TRN	-	-	1,0	2,0	2,5	-	2,0	-	1,0	2,0	3,0	4,0	5,0	-	20,0	3,0	4,0	5,0	5,0
AMP	-	5,0	4,0	3,0	2,5	10,0	8,0	15,0	14,0	13,0	12,0	11,0	10,0	20,0	-	17,0	16,0	15,0	15,0
Minutos para requemado	0,5	0,5	0,5	0,5	0,6	0,7	1,2	0,8	1,4	1,6	1,7	3,7	1,9	0,7	0,4	1,6	5,9	3,1	3,1

1

5

10

15

20

25

30



500

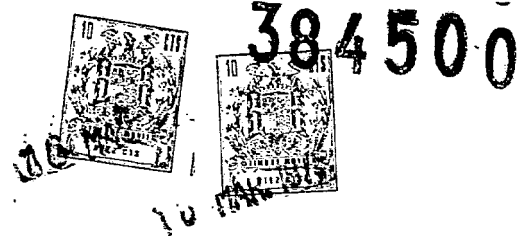


TABLA II  
MUESTRAS

<u>B</u>	<u>B1</u>	<u>C</u>	<u>C1</u>	<u>C2</u>	<u>C3</u>	<u>C4</u>	<u>C5</u>	<u>D</u>	<u>D1</u>	<u>D2</u>	<u>D3</u>	<u>D4</u>
100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
38,7	40,9	38,7	39,9	40,9	42,0	43,1	44,1	38,7	60,3	42,0	43,1	44,1
100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
2,2	1,2	3,5	2,0	1,5	1,0	1,0	0,4	3,0	1,0	2,0	1,5	1,5
1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0
-	2,0	-	1,0	2,0	3,0	4,0	5,0	-	20,0	3,0	4,0	5,0
10,0	8,0	15,0	14,0	13,0	12,0	11,0	10,0	20,0	-	17,0	16,0	15,0
0,7	1,2	0,8	1,4	1,6	1,7	3,7	1,9	0,7	0,4	1,6	5,9	3,1



384500

1 Debe entenderse que pueden introducirse cambios y variaciones sin apartarse del espíritu y alcance de este invento definido por las reivindicaciones del apéndice.

5 En resumen, la Patente de Invención que se solicita deberá recaer sobre las siguientes:

REIVINDICACIONES

10 1. Mejoras introducidas en un método para la producción de una composición formadora de poliuretano espumable, caracterizadas por mezclar con los ingredientes formadores de poliuretano, como ingrediente comunicador de incombustibilidad, una mezcla de a) un compuesto conteniendo nitrógeno y fósforo y b) una sustancia nitrogenada constituida por un poliol nitrogenado.

15 2. Mejoras según la reivindicación 1, caracterizadas porque el componente poliol de dichos ingredientes formadores de poliuretano es un poliéster-poliol y el ingrediente comunicador de incombustibilidad se encuentra presente en la cantidad de 10 partes como mínimo por ciento, calculado sobre 100 partes en peso de poliéster-poliol.

20 3. Mejoras según la reivindicación 2, caracterizadas porque la relación de a) a b) es de 1:1 como mínimo y preferiblemente de 3:1 a 6:1.

25 4. Mejoras según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizadas porque el componente a) es fosfonato monoamónico, un fosfato diamónico o un polifosfato amónico.

5. Mejoras según la reivindicación 4, caracterizadas porque el componente a) es un polifosfato amónico de fórmula:

