

385 157

16



P.- 46.097

B 14327 Clase LPG(MP)  
5248 A LH/NPS (SDG)

MEMORIA DESCRIPTIVA

SECCION TECNICA	
CLASIFICACION I.P.C.	
CLASE	<u>CO4</u>
SUBCLASE	<u>B</u>

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de UNIVERSAL PROPULSION CO.

entidad norteamericana

con domicilio en 3400 Pyrite Street, Riverside, California, Estados Unidos de América

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR UN MATERIAL AISLANTE DEL CALOR" (Clase Internacional CO4b)

11.5.73

- 1 -

385 157



Esta invención se refiere a materiales aislantes del calor y más particularmente a materiales que se descomponen durante la aplicación de calor a temperaturas elevadas y que dejan de sufrir tal descomposición inmediatamente después de haber terminado la aplicación de calor. Se ha llevado a cabo un trabajo considerable para proporcionar materiales que sean capaces de servir como aislantes del calor cuando se someten a temperaturas elevadas tan altas como 2760°C. A pesar de dicho trabajo, no han llegado a encontrarse materiales satisfactorios. Una dificultad ha sido el hecho de que los materiales continúan quemándose incluso después de haber cesado la aplicación de calor. Otra dificultad en algunas aplicaciones ha consistido en que los materiales se licúan cuando se someten al calor o depositan residuos indeseables como consecuencia de la aplicación del calor.

Esta invención proporciona materiales que vencen los inconvenientes anteriores. Los materiales incluyen un refrigerante, preferiblemente oxalato de amonio, capaz de descomposición endotérmica a temperaturas elevadas para formar productos gaseosos. Las composiciones de esta invención son auto-extinguibles, y las superficies expuestas al calor pueden tocarse cómodamente inmediatamente o casi inmediatamente después de haber cesado la aplicación del calor.

En diversas realizaciones de la invención, los refrigerantes están dispersados en aglutinantes que poseen diferentes propiedades. Un tipo de aglutinante es combustible cuando se somete al calor, sin dejar re



siduo sólido alguno. Otro posee la propiedad de formar una estructura porosa de residuo carbonizado superficialmente que permite el paso de los gases resultantes de la aplicación del calor para proporcionar un enfriamiento por transpiración. Un tercer tipo es incombustible.

Diversas sustancias pueden incluirse en los materiales aislantes de esta invención con los aglutinantes y los refrigerantes. Por ejemplo, se incluyen catalizadores o agentes de curado para curar el aglutinante. En las realizaciones en que el aglutinante es combustible sin dejar un residuo, se utiliza preferiblemente un catalizador que suministra oxígeno para facilitar la combustión del aglutinante.

Puede incluirse también un oxidante en la composición aislante, particularmente cuando el aglutinante es combustible sin dejar residuo alguno. Asimismo, se puede incluir un plastificante para hacer flexible la composición aislante y para facilitar su combustión.

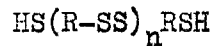
En algunas realizaciones de la invención, el aglutinante es combustible a temperaturas elevadas, p. ej. de 1648,9°C a 2760°C, para formar gases sin licuarse primeramente y sin producir residuo alguno sólido o líquido. En calidad de aglutinante puede utilizarse cualquier aglutinante orgánico capaz de mezclarse como un líquido y de curarse a un sólido a temperatura relativamente baja (p.ej., inferior a aproximadamente 121°C).

Un aglutinante preferido comprende resina de

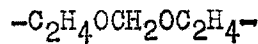
385 157



5 polisulfuro. Dichas resinas son preferidas porque contienen átomos de azufre y de oxígeno y éstos facilitan la oxidación del aglutinante, y de otros materiales en el aislamiento. Los polisulfuros son polímeros terminados en grupo mercapto de la fórmula general



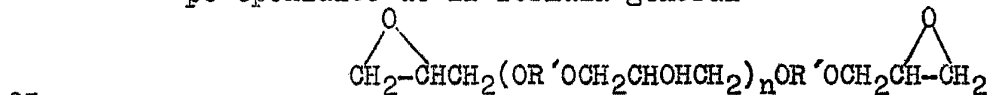
10 donde R es un radical orgánico polivalente que contiene al menos un grupo metileno y n es un entero comprendido entre aproximadamente 3 y 100, y preferiblemente entre aproximadamente 3 y 25. Los polisulfuros preferidos incluyen aquellos en los que R es



15 Los polisulfuros varían en propiedades desde líquidos movibles a viscosos hasta sólidos a la temperatura ambiente, dependiendo del peso molecular. Los de forma líquida se prefieren ordinariamente.

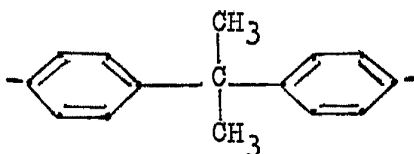
20 Otros aglutinantes incluyen poliuretanos, polibutadienos y resinas epoxídicas, bien sea solos o en conjunción con los polisulfuros.

Los epóxidos son polímeros terminados en grupo epoxídico de la fórmula general



donde R' es el radical orgánico divalente de un alcohol divalente o un fenol divalente y n tiene usualmente un valor comprendido entre aproximadamente 1 y 20. Epóxidos preferidos incluyen aquéllos en los que R' es

30



5                    Los epóxidos varían en propiedades desde lí-  
 quidos viscosos a sólidos de bajo punto de fusión, de-  
 pendiendo del peso molecular o grado de condensación.  
 Pueden utilizarse epóxidos con equivalentes de epóxido  
 comprendidos entre aproximadamente 140 y 4000, pero se  
 10                    prefieren aquellos de aproximadamente 185 a aproximada-  
 mente 300, ya que éstos se hallan en forma líquida a la  
 temperatura ambiente.

                    Generalmente se incluye un catalizador para  
 curar el aglutinante.

15                    Por ejemplo, cuando el aglutinante es un po-  
 lisulfuro, puede utilizarse peróxido de plomo ( $\text{PbO}_2$ ).  
 Este catalizador se emplea preferiblemente en una pro-  
 porción de aproximadamente 7%. Además de servir como -  
 agente de curado, el peróxido de plomo proporciona tam-  
 20                    bién oxígeno para facilitar la combustión del agluti-  
 nante. Puede utilizarse paraquinonadioxima ( $\text{HON:C}_6\text{H}_4\text{:}$   
 $\text{NOH}$ ) como catalizador con un aglutinante de polisulfu-  
 ro. La paraquinonadioxima es ventajosa porque se des-  
 compone totalmente en productos gaseosos.

25                    Cuando el aglutinante es un poliuretano, pue-  
 den servir como catalizador glicerina u otras sustan-  
 cias que contienen hidroxilo. Los grupos hidroxilo reac-  
 cionan con los grupos isocianato del poliuretano para  
 curar el aglutinante. Aceite de ricino y aminas son -  
 30                    otros ejemplos de agentes de curado utilizados con aglu-

385 157



tinantes de poliuretano. Alternativamente, un aglutinante de polialcohol que contiene grupos hidroxilo libres puede condensarse con un isocianato tal como diisocianato de tolueno para formar el poliuretano.

5                    Cuando el aglutinante es un epóxido, son catalizadores adecuados aminas primarias, secundarias y terciarias alifáticas y aromáticas, empleadas generalmente en proporciones de hasta aproximadamente 15 partes por 100 partes de epóxido. Aminas polifuncionales  
10                    preferidas incluyen 2,4,6-tri(dimetilaminometil)fenol, dietilentriamina, y dimetilaminopropilamina. Otras aminas adecuadas incluyen dimetilaminometil fenol y bencildimetilamina. Pueden emplearse también agentes de curado poliamídicos con los epóxidos. Las poliamidas  
15                    preferidas son los productos de reacción de ácidos grasos polímeros con poliaminas. Los ácidos grasos polímeros pueden ser, por ejemplo, ácidos grasos insaturados dimerizados y trimerizados derivados de aceites se  
20                    cantes tales como aceite de soja, aceite de linaza, aceite de tung, etc.

25                    En la composición aislante de la invención se incluye un refrigerante. El refrigerante es capaz de sufrir descomposición endotérmica para formar gases a las temperaturas elevadas de tal manera que absorbe calor en tal descomposición.

30                    El refrigerante preferido es oxalato de amonio (anhidro o hidratado). Preferiblemente se emplea a un nivel de aproximadamente tres partes en peso por cada parte en peso de aglutinante, en particular cuando el aglutinante es un polisulfuro. La proporción relati



va del refrigerante puede variar desde aproximadamente 0,5 a 4 partes en peso por cada parte en peso de aglutinante.

5 Otros materiales, por ejemplo, ácido oxálico ( $C_2H_2O_4$ ) y ácido fumárico ( $C_4H_4O_4$ ) pueden emplearse - también como refrigerantes. No obstante, éstos son más difíciles de manipular que el oxalato de amonio, debido a que son ácidos y han de utilizarse sobre una imprimación o base resistente a los ácidos. Las resinas de furano resistentes a los ácidos son aglutinantes adecuados para uso con estos refrigerantes. Las resinas de poliéster insaturadas son también aglutinantes apropiados para uso con estos refrigerantes.

10

15 Pueden utilizarse también como refrigerantes oxamida ( $CONH_2$ )<sub>2</sub> y carbamida (urea) ( $NH_2COHN_2$ ). Sin embargo, con éstos se producen gases que son combustibles generando calor, y esto neutraliza en parte el efecto endotérmico de la descomposición en algunas aplicaciones. Pueden utilizarse también oxalato de urea ( $2CO(NH_2)$ <sub>2</sub>· $C_2H_2O_4$ ) y compuestos de hidrazina tales como formiato de hidrazina ( $N_2H_4 \cdot 2HCO_2H$ ).

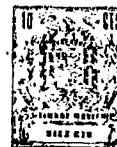
20

Un refrigerante tal como oxalato de amonio - se ha utilizado en un aglutinante tal como un polisulfuro tal como óxido de plomo para curar el aglutinante.

25 En tales materiales, una porción del aglutinante puede permanecer como una película líquida cuando se somete al calor a temperaturas tan altas como 2760°C. No obstante, esto no es perjudicial en algunas aplicaciones, tales como pantallas aerodinámicas contra el calor, ya que la película líquida será barrida y arrastrada por

30

385 157



el flujo aerodinámico.

5 En algunas aplicaciones se desea un producto final completamente gaseoso. Por ejemplo, en cámaras de combustión de generadores de gas, conductos de gases calientes o cámaras de retención de gases calientes, es preferible que el material aislante no produzca en absoluto residuo carbonizado superficialmente sólido ni productos líquidos que pudieran interferir con el funcionamiento de las válvulas o dispositivos de control. Un producto final completamente gaseoso proporciona también una mayor cantidad de fluido de trabajo, permitiendo que el sistema generador de gas opere con mayor eficiencia. Análogamente, en los motores de cohetes, los gases producidos por el material aislante facilitan la obtención de un empuje mayor.

10

15

En los casos en que se desea asegurar que el aglutinante se convierta completamente en gases, puede incorporarse a la composición aislante un compuesto oxidante capaz de descomposición a temperatura elevada. Se prefiere emplear perclorato de amonio ( $\text{NH}_4\text{ClO}_4$ ), empleado usualmente a un nivel de aproximadamente 1 parte en peso por cada parte en peso de aglutinante. La proporción de oxidante puede variar desde cero hasta aproximadamente 1,5 partes en peso por cada parte en peso de aglutinante. Si la proporción de oxidante excede de aproximadamente 1,5 partes en peso, el material ya no servirá eficientemente como aislante.

20

25

Como otros oxidantes que pueden utilizarse, se mencionarán nitrato de amonio ( $\text{NH}_4\text{NO}_3$ ), o prácticamente cualquier clorato, perclorato o nitrato, siendo

30



otros ejemplos, p. ej., nitrato de urea y nitrato de hidrazina. Preferiblemente, los cloratos, percloratos, o nitratos están exentos de cationes metálicos, a fin de no dejar residuo alguno en la descomposición.

5                    Puede incluirse también un plastificante en el material aislante para hacer el material flexible. El plastificante se emplea usualmente a niveles de hasta aproximadamente 30% en peso basado en el aglutinante. Un plastificante preferido es el triacetato de glicerina  $C_3H_5(OCOCH_3)_3$  cuando el aglutinante es un polisulfuro. El triacetato de glicerina es ventajoso porque contiene una alta proporción de oxígeno con relación al carbono. Por lo demás, reduce la viscosidad, con lo cual se pueden incorporar mayores niveles de refrigerante en las composiciones. Cuando se somete al calor, el triacetato de glicerina es combustible formando gases prácticamente del mismo modo que el aglutinante. La combustión del triacetato de glicerina es facilitada por el oxígeno resultante de la descomposición del perclorato de amonio. Se prefieren niveles de triacetato de glicerina de aproximadamente 20% en peso basado en el aglutinante.

10

15

20

Pueden utilizarse también otros plastificantes tales como ftalato de dibutilo o los ésteres de alto punto de ebullición de alcoholes polifuncionales. Este material es ventajoso prácticamente por las mismas razones que el triacetato de glicerina, ya que su alto contenido de oxígeno facilita la combustión.

25

30

Los materiales aislantes que constituyen esta invención se forman combinando primeramente todos -

30

385 157



los ingredientes excepto el catalizador. Cuando se desea formar el material aislante, el catalizador se aña de a la mezcla, después de lo cual la composición se cura a un sólido en aproximadamente 1 a 12 horas. Alternativamente, el refrigerante se puede mezclar inicialmente con el catalizador y el oxidante, ya que todos ellos se encuentran usualmente en forma sólida. Esta mezcla se puede añadir después al aglutinante líquido o a la mezcla líquida aglutinante-plastificante cuando se desea producir la composición aislante. Cualquiera que sea el método utilizado, las mezclas producidas antes del mezclado del aglutinante y el catalizador pueden almacenarse durante períodos indefinidos sin afectar a las características del material aislante producido.

Los materiales aislantes incluidos en esta invención presentan importantes ventajas. Cuando se aplica calor, por ejemplo mediante un soplete de acetileno a una temperatura de aproximadamente 2760°C, se producen diversas reacciones de descomposición y de combustión, de tal manera que el efecto neto es endotérmico. De hecho, la descomposición del refrigerante, aglutinante, plastificante y catalizador actúa como una esponja de calor que contrarresta con creces el calor liberado por la combustión. Ensayos realizados han demostrado que el material aislante absorbe aproximadamente 2777 kcal por kilogramo. Este es comparable al material utilizado para la pantalla contra el calor de re-entrada en la atmósfera de las cápsulas espaciales "Géminis".



Los materiales aislantes son auto-extinguibles inmediatamente después de la retirada del calor de la superficie del material aislante, en cuyo momento la temperatura de esta superficie es suficientemente baja, de tal manera que puede tocarse sin inconveniente, lo que constituye una indicación de que pasa a través del material aislante una cantidad de calor relativamente pequeña. De este modo, los elementos aislados por las composiciones que constituyen esta invención están protegidos contra elevaciones importantes de temperatura.

Debido a estas propiedades, los materiales aislantes pueden utilizarse con una fuente de calor pulsante para controlar la combustión y descomposición del material aislante. Pueden utilizarse también con una fuente de calor pirotécnica que no produzca gases por sí misma, particularmente debido a que los materiales aislantes producen gases cuando se someten al calor.

Los materiales aislantes que constituyen esta invención presentan otras ventajas importantes. Por ejemplo, cuando se utilizan en un generador de gas, hacen que aumente la eficiencia del mismo por producir gases a medida que se consume el material aislante. Esta propiedad es especialmente importante en motores de cohetes, ya que los gases generados por el material aislante imparten un empuje adicional.

Como los materiales aislantes de la invención se consumen mientras proporcionan la acción aislante, puede aplicarse inicialmente un espesor algo mayor que el espesor medio que pueda desearse. Esto es particular

385 157



5 mente apropiado cuando el material aislante se utiliza  
za como recubrimiento externo en motores de cohetes y  
proyectiles dirigidos, donde constituye una capa fría  
externa a medida que se consume, haciendo que disminu-  
ya el peso del motor de cohete o del proyectil dirigi-  
do.

10 Los materiales aislantes que constituyen esta  
invención son además ventajosos por el hecho de que los  
productos de descomposición gaseosos producidos son in  
combustibles sin oxígeno adicional. Esto puede verse -  
por el hecho de que, cuando se aplica la llama de un -  
soplete aire-acetileno al material aislante, el soplete  
debe estar dispuesto delante de los gases efluentes o  
éstos apagarán el soplete.

15 Los materiales aislantes que constituyen es-  
ta invención pueden utilizarse ventajosamente como me-  
dio refrigerante alrededor de gases calientes. Los ga-  
ses producidos por el material aislante están relativa  
mente fríos debido a la naturaleza esencialmente endo-  
20 térmica de la reacción, y se mezclan con los gases a -  
enfriar, recibiendo calor de tales gases.

25 Los materiales aislantes que constituyen es-  
ta invención poseen otra ventaja importante, a saber,  
que permiten la comunicación por radio-frecuencias a -  
través de los gases que se producen y que envuelven el  
material aislante. Esto es importante cuando los materia  
les aislantes se utilizan para proteger sistemas elec-  
trónicos del calor cerca de motores de cohetes y en el  
interior de proyectiles dirigidos. Los gases produci-  
30 dos a partir de otros materiales aislantes crean barre



ras impenetrables para el paso de la energía en radio-  
frecuencias. Por ejemplo, la energía en radio-frecuencias  
es bloqueada generalmente por los aislantes que se car-  
bonizan o dejan un residuo carbonizado superficialmente  
5 o que se descomponen en iones metálicos. La transparen-  
cia a las radio-frecuencias de los materiales aislantes  
que constituyen esta invención se ha demostrado median-  
te ensayos en vuelo de flechas Loki que contienen un -  
transpondedor y que están recubiertos con una realiza-  
10 ción preferida del material aislante en un espesor de  
aproximadamente 762 micras. Este recubrimiento fue con-  
sumido por el calentamiento aerodinámico durante los -  
primeros 30 segundos de vuelo. Durante este período de  
tiempo, se mantuvieron comunicaciones por radio-frecuen-  
15 cias con el transpondedor.

Los materiales que constituyen esta invención  
pueden formularse con una consistencia de pintura o con  
consistencia adecuada para operaciones de colada. Su -  
viscosidad puede aumentarse también de tal manera que  
20 los materiales puedan ser extruidos, extendidos con la  
llana, colados a presión o moldeados.

Puede utilizarse un refrigerante tal como oxa-  
lato de amonio con un aglutinante tal como un poliure-  
tano para producir un material aislante que produce un  
25 residuo carbonizado superficialmente hinchado o espon-  
joso. Por ejemplo, puede utilizarse azúcar o hidróxido  
de aluminio ( $\text{Al}(\text{OH})_3$ ) como catalizador para curar el -  
aglutinante de poliuretano a temperatura relativamente  
elevada del orden de aproximadamente  $93^\circ\text{C}$ . El hidróxi-  
30 do puede incluirse en los materiales aislantes en una

385 157



proporción de aproximadamente 5 a 25 partes en peso por 100 partes en peso de aglutinante, y preferiblemente en una proporción de aproximadamente 10 partes en peso por 100 partes en peso de aglutinante. Pueden utilizarse -  
5 también los hidróxidos de otros metales tales como hierro (férrico y ferroso), cromo (crómico y cromoso), - calcio, zirconio, platino y magnesio.

Las composiciones aislantes descritas en el párrafo anterior poseen características espumantes o -  
10 esponjosas que se producen cuando reaccionan el aglutinante y los catalizadores, produciéndose dióxido de - carbono como sub-producto, el cual da lugar a un aislamiento que posee poros. Cuando tales composiciones se someten a calentamiento, los gases producidos por des-  
15 composición y combustión se desplazan a través de la - estructura carbonizada superficialmente porosa para producir un enfriamiento por transpiración del material - aislante. El movimiento de los gases a través de la estructura carbonizada superficialmente facilita la producción de una interfase gaseosa entre el residuo carbonizado superficialmente y la fuente de calor. La proporción de aglutinante a refrigerante puede variarse para proporcionar cualquier combinación deseada de solidez y densidad del residuo carbonizado superficialmente y gases refrigerantes para una aplicación dada.  
20  
25

Los materiales aislantes con características esponjosas poseen una densidad relativamente baja, y - presentan una resistencia satisfactoria a la vibración y soportan bien cargas físicas. La cantidad de material  
30 requerido para llenar un espacio dado está también re-



ducida al mínimo. El hidróxido de aluminio u otro hidróxido puede depositar un residuo de óxido metálico, y - por tanto se utilizará normalmente para recubrimientos de desgaste, donde tales óxidos metálicos contribuirán a la estructura del residuo carbonizado superficialmente.

5

Se han producido composiciones aislantes que poseen características esponjosas tanto con propiedades flexibles como con propiedades rígidas. En éstas, los aglutinantes han incluido poliuretanos, y el refrigerante preferido ha sido oxalato de amonio. Cuando se han producido materiales aislantes que tienen propiedades flexibles y características esponjosas, una mezcla preferida ha estado formada por 2,4- y 2,6-diisocianatos de tolueno, en una proporción en peso aproximada de 80/20, y compuestos polihidroxilados. Los compuestos polihidroxilados pueden ser polialcoholes poliéter o poliéster, o una combinación de polialcoholes poliéter y poliéster.

10

15

20

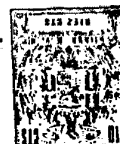
Quando los materiales aislantes se han dotado de características esponjosas y propiedades rígidas, se han utilizado poliéteres que son fundamentalmente aductos de óxido de propileno con sustancias tales como sorbita, sacarosa, pentaeritrita, metil-glucósido y diaminas. Estos materiales han variado en funcionalidad desde trioles a octoles, y en peso equivalente desde 75 a 160.

25

Se han incorporado también refrigerantes, y particularmente oxalato de amonio, en aglutinantes incombustibles tales como asbesto, cemento Portland y ye

30

# 385 157



so. Con tales composiciones aislantes, la superficie posterior opuesta a la superficie expuesta al calor se ha mantenido a una temperatura inferior a la temperatura de descomposición del oxalato de amonio hasta que la composición aislante se ha consumido completamente por la aplicación de calor.

### EJEMPLOS 1-3

Partes en Peso

	<u>1</u>	<u>2</u>	<u>3</u>	
10	32,0	20,75	19,0	Resina de polisulfuro líquida - (aglutinante) (a)
	8,0	5,19	4,7	Ftalato de dibutilo (plastificante)
	2,2	1,56	1,3	Dióxido de plomo (agente de curado)
15	19,3	23,5	24,0	Perclorato de amonio, 200 micras
	38,5	49,0	51,0	Oxalato de amonio

(a) Thiokol LP-2, ditiol de peso molecular 4000, derivado de 98% en moles de dicloroetil formal y 2% en moles de tricloropropano (Ind. Eng. Chem. Vol. 43, pág. 324, 1951)

20 Las formulaciones 2 y 3 son relativamente espesas al componerlas; la formulación 1 es más fácilmente trabajable y se mezcla con mayor facilidad. Los recubrimientos curados se exponen a 7,5 cm de un soplete de acetileno a una presión de oxígeno de 0,35 kg/cm<sup>2</sup>.

25 En estas condiciones, la formulación 1 exhibe un régimen de desgaste de aproximadamente 61 micras por segundo. Con las formulaciones 2 y 3 se obtienen regímenes de desgaste de aproximadamente 50,8 y 45,7 micras por segundo, respectivamente.

30 Las composiciones de recubrimiento siguientes

# 385 157



exhiben, después de curadas, propiedades comparables - de aislamiento y desgaste.

### EJEMPLO 4

5	100	partes en peso de Resina de polisulfuro líquida (a)
	25	" " " " Ftalato de dibutilo (plastificante)
	7,5	" " " " Dióxido de plomo (agente de curado)
	50	" " " " Oxalato de amonio
10	0-0,3"	" " " " Diestearato de aluminio (retardador)

### EJEMPLO 5

	100	partes en peso de Poliuretano líquido (b)
15	7,3	" " " " Agente de curado amínico (c)
	13,2	" " " " Agente de curado amínico (d)
	100	" " " " Oxalato de amonio, pasado por el tamiz de 250 micras
		(b) Thiokol Solithane 113: Prepolímero de diisocianato de toluileno-uretano que tiene un peso equivalente de 389-404 y un contenido de isocianato de 10,6%
20		(c) Thiokol C-113-300
		(d) Thiokol C-113-328

### EJEMPLOS 6-9

Partes en Peso				
	<u>6</u>	<u>7</u>	<u>8</u>	<u>9</u>
25	100	100	100	100
				Poliuretano líquido (b)
	50	-	-	-
				Aceite de ricino
	-	6,5	-	-
				Hidróxido de aluminio
	-	-	9,5	-
				Hidróxido de calcio
	-	-	-	7,25
				Hidróxido de magnesio
30	150	50	50	50
				Oxalato de amonio

# 385 157



## EJEMPLOS 10-11

### Partes en Peso

	<u>10</u>	<u>11</u>	
5	100	-	Resina epoxídica (e)
	-	100	Resina epoxídica (f)
	10	10	2,4,5-Tri(dimetilaminometil)fenol (g)
	100	100	Oxalato de amonio
10			(e) Shell Epon 828, producto de condensación de epíclorhidrina y bisfenol A, que tiene un peso molecular de 350, un índice de epóxido de 0,5 equivalentes - por 100 gramos, un índice de hidroxilo de 0,1 equivalentes por 100 g, y un equivalente de epóxido de 190-210 gramos por mol gramo de epóxido.
			(f) Resina Araldite 6020 de Ciba, que tiene un equivalente de epóxido de 208 gramos por mol gramo de epóxido.
15			(g) DMP-30 de Rohm & Haas (agente de curado).

### EJEMPLO 12

	60	Partes en Peso	Resina de polisulfuro líquida (h)
	40	" " "	Resina epoxídica (f)
20	4	" " "	2,4,6-Tri(dimetilaminometil)fenol (g)
	200	" " "	Oxalato de amonio
			(h) Thiokol LP-33, ditiol de peso molecular 1000, derivado de 99,5% en moles de dicloroetil-formal y 0,5% en moles de tricloropropano ( <u>Ind. Eng. Chem.</u> , Vol. 43, pág. 324, 1951)

25

### EJEMPLO 13

	100	Partes en Peso	Resina de furano (j)
	1,0	" " "	Catalizador ácido (k)
	150	" " "	Acido oxálico
30			(j) Resina X-2, un polímero de condensación de alcohol furfurílico endurecible a la temperatura ambiente,



que puede adquirirse de Furane Plastics, Inc., de Glendale, California.

(k) Z-1A, que puede adquirirse de Furane Plastics, Inc.

EJEMPLO 14

5

100 Partes en Peso Resina de moldeo por colada de poliéster insaturada (1)

1,0 " " " Peróxido de metil-etil-cetona

105 " " " Acido fumárico

10

(1) Copolímero de estireno y maleato-ftalato de propilenglicol.

15

La presente solicitud, que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América, el 17 de Marzo de 1970, bajo el Nº 20.431 (parcial), se acoge a los beneficios del Artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

REIVINDICACIONES

20

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:

25

1.- Un procedimiento para producir un material aislante del calor, caracterizado porque comprende dispersar

11.5.73

385 157



intimamente en un aglutinante una sustancia refrigerante capaz de descomposición endotérmica a temperatura elevada para formar productos gaseosos.

5           2.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por usar como aglutinante un líquido polimerizable susceptible de ser curado, el cual después de curado forma una matriz sólida.

10           3.- Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque se dispersa adicionalmente en el aglutinante un agente oxidante.

          4.- Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque se dispersa adicionalmente un plastificante para el aglutinante.

15           5.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 4, caracterizado por el hecho de usar como aglutinante y/o plastificante minerales que son combustibles, para formar productos gaseosos sin dejar ningún residuo.

20           6.- Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque se utilizan aproximadamente de 0,5 a 4 partes por cada parte en peso de refrigerante por cada parte en peso de aglutinante.

25           7.- Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 4 a 5, caracterizado por el hecho de usar plastificante en una cantidad de hasta aproximadamente 30% en peso del aglutinante.

30           8.- Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado por



el hecho de usar como refrigerante un oxalato, particularmente oxalato de amonio, ácido oxálico, ácido fumárico, una oxamida, una carbamida, un carbamato o una hidrazina.

5                   9.- Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado por el hecho de usar como aglutinante un polisulfuro, poliuretano, polibutadieno, resina de poliéster o resina epoxídica.

10                   10.- Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 3 a 9, caracterizado por el hecho de usar como agente oxidante un clorato, un perclorato, particularmente perclorato de amonio o un nitrato.

15                   11.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 10, caracterizado porque se usan hasta 4 partes en peso de agente oxidante por cada parte en peso de aglutinante.

20                   12.- Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 4 a 10, caracterizado por el hecho de usar como plastificante triacetina, ftalato de dibutilo o un éster de elevado punto de ebullición de un alcohol polifuncional.

25                   13.- Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, caracterizado por el hecho de usar como aglutinante un polisulfuro, como oxidante perclorato de amonio, y como refrigerante oxalato de amonio.

30                   14.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 13, caracterizado por el hecho de usar el

385 157



polisulfuro, el perclorato de amonio y el oxalato de amonio, respectivamente, en proporciones en partes en peso relativas aproximadas de 1, 1/2 y 3.

5 15.- Un procedimiento para producir un material aislante del calor.

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

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

10

Madrid,

16 Mayo 1973

P.A.