



418061

418061

memoria descriptiva

| | |
|-----------|------|
| Int. Cl.: | C08F |
| | |
| | |

CLASE DE REGISTRO Una Patente de Invención, por veinte años en España.

NOMBRE Y NACIONALIDAD DEL SOLICITANTE KONINKLIJKE EMBALLAGE INDUSTRIE VAN LEER B.V.
 -Sociedad holandesa-

RESIDENCIA Y DOMICILIO Amstelveen (HOLANDA)
 Amsterdamseweg, 206

OBJETO "Procedimiento para preparar espumas de polifurano".

Prioridad Solicitud Patente británica Nº 39707/72 del 25.8.1972.

Inventores 1.- Hans-Ole LARSEN. (Nacionalidad danesa)
 2.- Sven BARFOED. (Nacionalidad danesa)
 3.- John Arthur Gooch GENT. (Nacionalidad inglesa).

418061

21



- 1. -

1

El presente invento se refiere a una mejora en el procedimiento para preparar espumas de polifurano por polimerización, alternativamente copolimerización de furfuril alcohol, si se desea, en combinación con prepolímeros, alternativamente precopolímeros de furfuril alcohol en presencia de un ácido fuerte.

5

10

Es conocido preparar espumas rígidas de urea formaldehído con y sin la inclusión de pequeñas cantidades de furfuril alcohol, pero las espumas conocidas se preparaban por procedimientos complicados y las espumas tenían un número de inconveniente, que limitaban su uso.

15

20

La manufactura de espuma rígida a partir de resinas de urea-formaldehído, se ha convertido en una técnica bien desarrollada en los años recientes. Mientras existe un número de modificaciones empleadas en la preparación de las espumas, el procedimiento convencionalmente observado concierne básicamente a la preparación de una suspensión acuosa a modo de espuma de un producto de condensación de urea-formaldehído con la ayuda de un agente superficie activo.

25

La suspensión es aireada hasta que tenga la densidad que dé el tipo de producto teniendo la estructura celular deseada. La suspensión de espuma entonces es puesta en contacto con un catalizador ácido y se cura preferentemente bajo la influencia de temperaturas elevadas, lo que facilita el endurecimiento y parcialmente libera el agua usada al preparar la suspensión acuosa.

30

La separación de agua de la espuma, limita severamente la capacidad de producción de una instalación dada e

418061



- 2.-

1 impone un límite a los bloques de espuma, que pueden fabri-
carse. De acuerdo con la patente de EE.UU. n.º. 3.006.871
la densidad máxima de espuma de urea-formaldehído, que puede
5 hacerse, es de alrededor de 30 kg/m^3 , ya que espumas de densi-
dad más alta presentarán grave agrietamiento durante la ope-
ración de secado.

Todas las espumas de urea-formaldehído, generalmen-
te adolecen del defecto de que son inherentemente frágiles
de modo relativo y poseen comparativamente baja elasticidad
10 y características de resistencia a la abrasión.

De acuerdo con la patente de EE.UU. n.º. 3.006.871
la fragilidad observada en las resinas de espuma de urea-for-
maldehído, siendo principalmente inherentes a la naturaleza
15 del condensado, se cree que están influidas por el mecanismo,
con el que el agua contenida abandona la espuma acuosa, duran-
te el procedimiento de endurecimiento y desecación.

De acuerdo con dicha patente, esta influencia pue-
de ser reducida y pueden obtenerse espumas teniendo propie-
20 dades físicas superiores y mejoradas, usando condensados de
urea-formaldehído modificados con furfuril alcohol o furfu-
ral. La cantidad de furfuril alcohol empleado se encuentra
entre 5 y 50 partes de peso por 100 partes de peso de conden-
sado de urea-formaldehído.

25 Las espumas producidas por los condensados modifi-
cados de urea-formaldehído, se afirma que tienen mayor resis-
tencia a la abrasión y elasticidad que las espumas no modifi-
cadas. Sin embargo, las espumas todavía son típicas espumas
de urea-formaldehído con baja resistencia compresiva, baja
30

418061

2



- 3.-

1 resistencia a la hidrólisis y predominantemente estructura
de celdas abiertas. También el procedimiento de su prepara-
ción incluye la fase secadora con la indeseable consecuencia
arriba descrita.

5 Un nuevo procedimiento para la preparación de espu-
ma de condensado de urea-formaldehído, similarmente modifica-
do con furfuril alcohol, se describe en la patente británica
nº. 942.845. De acuerdo con dicha patente, un compuesto só-
lido, que genera un gas por reacción con un ácido, se mezcla
10 con el co-condensado antes de endurecer. Son compuestos pre-
feridos para el uso como agente hinchador, carbonatos y bicar-
bonatos, que liberan dióxido de carbono al contacto con el
endurecedor ácido que, por ejemplo, puede ser ácido fosfóri-
15 co. Las proporciones molares de urea a formaldehído y de
urea a furfuril alcohol, del co-condensado empleado en el pro-
cedimiento, son 1 : 2,6 y 1 : 0,9, respectivamente. Las es-
pumas, obtenidas por el procedimiento de dicha patente, son
químicamente del mismo tipo que las obtenidas por el procedi-
20 miento de la patente de E.E.UU. nº. 3.006.871. Un defecto se-
rio del nuevo procedimiento es que el endurecedor ácido tie-
ne que realizar dos funciones en competencia. Una es como
un catalizador en el proceso de endurecimiento del condensa-
do, y la otra es reaccionar con el bicarbonato, por lo que
25 se destruye el efecto catalítico -lo que hace extremadamente
difícil el control de la densidad de espuma, del tamaño de
celda y la cura.

Las resinas de furfuril alcohol, preparadas por la
polimerización o condensación de furfuril alcohol sólo o en

30



1 conjunción con formaldehído, se usan para la fabricación de
espumas de furano celulares rígidas en el procedimiento de
la patente de EE.UU. número 3.390.107. De acuerdo con dicha
patente puede obtenerse un material celular rígido expansio-
5 nado por un procedimiento, que comprende el expansionar una
resina líquida de furano preformada conteniendo pequeñas can-
tidades de monómero de furfúril alcohol en presencia de un
catalizador ácido y un agente hinchador. El catalizador áci-
do puede ser ácido fosfórico y el agente hinchador, tricloro
10 trifluoroetano. Los materiales celulares preparados tienen
densidades en el alcance de alrededor de 16 a 56 kg/m³ y son
de una estructura parcialmente de celda abierta. Aunque el
procedimiento es una mejora sobre los procedimientos de la
patente de EE.UU. n.º. 3.006.871 y de la patente británica
15 942.845, la producción de la espuma incluye la etapa compli-
cadora de preparar una resina de furano líquida de alta vis-
cosidad y una cura posterior de las espumas por calentamien-
to, para asegurar la cura completa de la resina, y las espu-
mas tienen sólo moderado rendimiento en varios ensayos res-
pecto al fuego, tales como el ensayo del horno de mufla y el
ensayo de mechero de propano.

De acuerdo con la solicitud pendiente del mismo tí-
tular 43.033/71 dichas características indeseables pueden ser
25 evitadas y puede obtenerse un material de espuma, teniendo
adicionalmente varias propiedades deseables, polimerizando
furfúril alcohol en una etapa, si se desea en combinación con
prepolímeros o precopolímeros de furfúril alcohol en presen-
cia de un catalizador ácido, a condición de que por lo menos

30

418061



- 5.-

1 50% de los grupos hidroxilo, presentes en la mezcla de prepolí-
mero de furfuril alcohol, tenga su origen en furfuril alcohol
libre.

5 Se obtienen espumas de densidades bajando a 2 kg/m^3
mostrando rendimiento mejorado en varios ensayos de fuego y
teniendo estructura celular muy fina con grandes cantidades
de celdas cerradas.

10 La densidad de las espumas puede ser controlada _
por la cantidad de prepolímero en el furfuril alcohol, dando
una cantidad mayor de prepolímero, densidades más altas.
Sin embargo, se ha encontrado que, según se incrementa la _
cantidad de prepolímero, disminuye el rendimiento en los en-
sayos de fuego, y las espumas preparadas de mezclas de furfu-
15 ril alcohol/prepolímero, en que menos de 50% de los grupos _
hidroxilo tengan su origen del monómero de furfuril alcohol,
muestran rendimiento insuficiente.

20 Para muchas aplicaciones se desean espumas de más
altas densidades, teniendo alta resistencia compresiva y _
siendo menos friables.

Se encontró que nuevas espumas comprendiendo:

25 α) 100 partes de peso de polímero, del que por
lo menos 50 partes de peso del material se deriva de furfu-
ril alcohol y por lo menos 1 parte de peso de por lo menos
un compuesto amino, seleccionado del grupo consistente en _
urea, tio-urea y melamina, junto con hasta 49 partes de peso
de material derivado de formaldehído, y

β) hasta 100 partes de peso de un rellenedor, _
alternativamente un extensor,

30 tienen capacidad mejorada soportadora de carga y varias _ _

418061

21



- 6.-

1
5
10
15
otras características deseables. Pueden obtenerse de A) furfural alcohol, si se desea, en presencia de B) prepolímeros de furfural alcohol usando como un tercer componente C) una resina de amino de formaldehído en una cantidad correspondiente a más de 1 parte de peso del compuesto amino, mientras que la espuma final todavía tiene que contener más de 50 partes de peso de furfural alcohol enlazado por 100 partes de peso de A + B + C, seleccionándose el compuesto amino del grupo consistente en urea, tio-urea y melamina, excluyendo cualesquiera combinaciones, en que las partes de peso de A, por 100 partes de peso de resina (A + B + C) más dos veces las partes de peso de C, por 100 partes de peso de resina (A + B + C) sean menos de 20. Las espumas de furano, así modificadas, muestran mayor resistencia compresiva que las espumas de furano no modificadas a la misma densidad, y las espumas modificadas pueden prepararse en densidades mucho más altas y obtenerse buen rendimiento en los ensayos de fuego.

20
25
30
Una ventaja adicional de las espumas de furano modificadas en comparación con las espumas modificadas de urea-formaldehído de la patente de EE.UU. nº. 3.006.871 y patente británica nº. 942.845 es que pueden prepararse por la bien conocida técnica de "un tiro" usada para preparar espumas rígidas de poliuretano, es decir, en ausencia de agua y bicarbonato. La razón de esto es probablemente que las mezclas de amino formaldehído furfural alcohol y/o condensados útiles en el procedimiento preferido del presente invento tienen una reactividad adecuada. Preferentemente la espuma de acuerdo con el invento contiene un polímero, teniendo una

418061



- 7.-

1

composición incluida dentro del área ABCDE de la fig. 1. En dicho diagrama triangular se muestran las composiciones por peso de la parte de polímero de las espumas (d).

5

Las coordenadas, en partes de peso, por 100 partes de peso de resina, deben entenderse como:

- 1) Compuesto amino: material derivado de un compuesto amino.
- 2). Formaldehído: material derivado de formaldehído.
- 3) Furfuril alcohol incl. resina de furano: material derivado de furfuril alcohol.

10

No se tiene el propósito de que el término de resina de furano, tal como se usa aquí, se restrinja a los prepolímeros de furano resultantes de la sola condensación de furfuril alcohol: Así, por ejemplo, otras resinas de furano apropiadas incluyen precopolímeros de furfuril alcohol y furfural, o de furfuril alcohol y formaldehído, o de furfuril alcohol, formaldehído y fenol, o de furfuril alcohol formaldehído y un compuesto amino.

15

20

Las espumas del presente invento se encuentran en el ángulo inferior derecho del triángulo correspondiente a más de 50 partes de furfuril alcohol incl. resina de furano y más de 1 parte de compuesto de amino.

25

Se prefieren particularmente espumas conteniendo un polímero teniendo una composición incluida dentro del área WXYZ de la fig. 1. La proporción molar del material derivado del formaldehído respecto al material derivado de un compuesto amino, está preferentemente entre 1 : 1 y 6 : 1.

30

Preferentemente la fuente para el material, deriva

418061

21



- 8.-

1 do de un compuesto amino, es urea.

En una ejecución preferida, el rellenedor β ha reaccionado con el polímero α . Se prefiere particularmente un rellenedor consistente en:

5 un material conteniendo grupos hidroxilo y/o carbonilo.

Más particularmente el rellenedor β es un material conteniendo lignina. En un producto muy útil el rellenedor B es sulfonato de lignina.

10 En el presente procedimiento, las resinas de urea formaldehído furfuril alcohol, tienen una proporción de urea : formaldehído de 1: 1 hasta 1: 10, y una proporción de urea : furfuril alcohol de 1 : por lo menos 1, que se usan generalmente como resinas de urea-formaldehído.

15 Resinas muy útiles de urea-formaldehído furfuril alcohol, tienen una proporción de urea : formaldehído de 1 : 1 hasta 1 : 6:

20 Preferentemente se usan por lo menos 10 partes de peso de resina de urea-formaldehído por 100 partes de peso de A + B + C. Dichas resinas de urea formaldehído furfuril alcohol, se preparan de acuerdo con métodos conocidos. En esta conexión se hace referencia a la patente británica nº. 942.845, a la patente de EE.UU. nº. 3.006.871, a la patente belga 619.879 y a la patente británica nº. 930.236.

25 Aunque el producto de acuerdo con la solicitud de patente británica 43.033/71 (NF2) tiene muchas propiedades deseables, algunos de los productos tienen el defecto de la recientemente descubierta así llamada segunda exotermia.

30

418061



- 9. -

1 Una segunda reacción exotérmica comienza en espumas separa-
das de altas concentraciones de resinas de furano cuando se
calienta hasta alrededor de 200° C y debido a la resultante
alta temperatura, dichas espumas se destruyen. Esta segunda
5 reacción exotérmica constituye un riesgo de fuego y se ha _
descubierto que, por ejemplo, las espumas fenólicas comercia-
les muestran segunda exotermia.

Un ensayo para determinar si se desarrollará la se-
gunda reacción exotérmica, se efectúa de la siguiente manera.

10 Se corta una muestra con las dimensiones de 6 x 6
x 6 cm. La muestra se coloca en el centro de un horno, cuya
temperatura se mantiene a 200° C. Un termopar se inserta en
el centro de la muestra y se registra la temperatura de la
15 espuma. En espumas teniendo una segunda exotermia, la tempe-
ratura de la espuma aumentará por encima de 200° C y se ano-
tará la temperatura máxima.

Las espumas conteniendo una composición de resina
de acuerdo con la fig. 2, (el diagrama triangular de la fig.
20 2 tiene las coordenadas: furfuril alcohol, resina de furano,
y resina de urea formaldehido; la línea de base, correspon-
diente a espumas sin resina de urea formaldehido, representa
espumas fabricadas de acuerdo con la patente de EE.UU. nº _
3.390.107 y de la solicitud pendiente, de los mismos titula-
25 res de la presente solicitud, número 43.033/71), excluyendo
cualesquiera composiciones dentro del área JKLM de dicha fi-
gura, particularmente espumas teniendo una composición inclui-
da en la fig. 2, excluyendo cualesquiera composiciones den-
tro del área FGHI de dicha figura, pueden hacerse libres de

30

21 AGO 1973



418061

- 10.-

1 una segunda exotermia.

5 La segunda exotermia de espumas preparadas de a) furfuril alcohol, b) resina de furano y c) resina UFF(1:3:3) se evita incorporando el componente C, según aparece del ejemplo comparativo XI, mencionado aquí más abajo. Las espumas teniendo una composición incluida dentro del área PQRS de la figura 3, tienen todavía una segunda exotermia, aún cuando esté presente el componente C.

10 Sin embargo, la segunda reacción exotérmica de dicho tipo de espumas, puede ser reducida considerablemente, añadiendo a la mezcla espumable un rellenedor reactivo, particularmente un rellenedor teniendo grupos hidroxilo y/o carbonilo, más particularmente un derivado de lignina conteniendo rellenedor y muy particularmente usando sulfonato de lignina.

15 Dicha adición también hace posible producir espumas teniendo una densidad más alta.

20 Preferentemente el rellenedor reactivo tiene un tamaño de partícula, del que por lo menos 50% pasará a través de la criba normalizada británica de 72 mallas. La proporción de rellenedor, generalmente usada, llega a 100 partes de peso por 100 partes de peso de resina.

25 Todas las resinas NF2 no modificadas se encuentran en la línea de base de las figuras 1, 2 y 3, correspondiente a 0 partes de resina de urea-formaldehído furfuril alcohol.

30 De los ejemplos aparece que pueden hacerse espuma en un amplio alcance de proporciones de componentes, con o sin sulfonato de lignina de amonio.

418061



- 11.-

1

La variación en las proporciones de los componentes da por resultado variación en las propiedades de la espuma, de modo que pueden obtenerse propiedades deseadas seleccionando apropiadas formulaciones de espuma.

5

La densidad puede ser incrementada por:

- 1) Altos niveles de resina de furano;
- 2) Altos niveles de sulfonato de lignina de amonio;

10

De la fig. 3, (en el diagrama con las coordenadas: furfuril alcohol, resina de furano y resina de UFF teniendo una proporción molar de 1 : 3 : 3 se muestra el área, dentro de la que las espumas del ejemplo XI tienen segunda exotermia. El efecto del tipo y de la cantidad de relleno se demuestra por el tamaño de las áreas. Con altos niveles de sulfonato de lignina puede usarse un alcance más amplio de proporciones de componentes para preparar espumas libres de exotermia en comparación con espumas con talco y bajos niveles de sulfonato de lignina. También aparece que las espumas con segunda exotermia están concentradas en el ángulo izquierdo inferior del triángulo correspondiente a altos niveles de resina de furano.

15

20

composiciones

Aquellas/de resina dando espumas, teniendo una segunda exotermia, pueden expresarse como

25

Resina de furano, más de 45 partes más

Resina UFF < 20 partes

Aún a niveles de furfuril alcohol tan bajos como 10 partes, puede suprimirse la exotermia por 20 partes de resina UFF teniendo una proporción molar de 1 : 3 : 3.

30

De la fig. 3 aparece que, en el caso de que el sul

718061

21

ACO 1971



- 12.-

1 fonato de lignina de amonio se remplace por talco, la segun
da exotermia todavia está concentrada en el área de alto ni-
vel de resina de furano. La cantidad de resina UFF teniendo
5 una proporción molar 1 : 3: 3, requerida en este caso para
suprimir la exotermia a un nivel constante de resina de fu-
rano, es de alrededor de 25 partes de peso.

De la fig. 6, (en el diagrama las formulaciones de
la espuma en el ejemplo XXXV se muestran usando como coorde-
nadas: furfuril alcohol, resina de furano y urea : formal-
10 dehidro - furfuril - alcohol - resina (1:3:3).) aparece que
se encuentran espumas de baja densidad ($\leq 20 \text{ kg/m}^3$) sólo en
las áreas de

- 15 a) menos de 40 partes de resina de furano,
b) más de 35 partes de furfuril alcohol

Una linea fronteriza puede ser trazada separando
espumas con densidades por debajo y por encima de 40 kg/m^3 .
Esta línea representa 40 partes de resina de furano.

20 Se ha observado que, una indicación más exacta de
la no inflamabilidad, puede obtenerse determinando el índice
crítico de oxígeno, según se define en ASTM D 2863 (el ín-
dice crítico de oxígeno es la concentración mínima de oxíge-
no, expresada como volumen por ciento, en una mezcla de oxí-
geno y nitrógeno, que justamente soporte la combustión de
25 un material bajo las condiciones de dicho método), que usan-
do el ensayo de mechero de propano, tal como se usa en la
solicitud de patente británica 43.033/71.

Aparece en los ejemplos que el índice crítico de
oxígeno es dependiente de la formulación de espuma, tienien-
30

418061



- 13.-

1 do, sin embargo, las espumas, de acuerdo con el invento, un inesperadamente alto índice crítico de oxígeno.

Se han observado dos tipos de puntos terminales, es decir, inflamación pasante y combustión. En algunos casos la
5 combustión fue seguida de incandescencia posterior. Combustión e incandescencia posterior se encuentran en espumas teniendo una segunda exotermia. Dichas espumas contienen más de 50 partes de peso de resina de furano y menos de 25 partes de peso de resina de urea-formaldehído furfuril alcohol.

10 EJEMPLO I

Una resina de urea-formaldehído-furfuril alcohol, fue preparada de acuerdo con el método descrito en la patente británica núm. 942.845, ejemplo nº 1. La proporción molar de
15 urea:formaldehído:furfuril alcohol, fue de 1:2,6:0,9.

100 g. de resina se mezclaron con 5 g. de bicarbonato sódico, después de lo que se añadió con vigorosa agitación 22 g de ácido o-fosfórico al 75%. Sin embargo, debido a la
20 reacción instantánea entre el ácido y el bicarbonato, la evolución de gas comenzó antes de que la resina y el catalizador estuvieran apropiadamente mezclados, y un material espumado, teniendo una estructura celular muy irregular, fue obtenido. La espuma tuvo una densidad de alrededor de 100 Kg/m^3 , fue dura y frágil con celdas muy gruesas.

25 En otro experimento, se mezclaron 100 g. de resina y 100 g. de bicarbonato sódico con 24 g. de catalizador, consistente en 8 g. de $\text{o-H}_3\text{PO}_4$ (87%), 4g. de H_2SO_4 y 12 g. de isopropanol. La espuma resultante fue similar a la arriba mencionada.

30



1 Con el fin de poder obtener un apropiado mezclado de la resina y del catalizador y de mejorar por ello la estructura celular, se remplazó el bicarbonato por un líquido orgánico, que se volatilizó durante la polimerización.

5 100 g. de resina se mezclaron con
 12 g. de tricloro-trifluor etano
 5 g. de ácido-o-fosfórico (87%) se añadieron.

10 Después de 2 segundos de mezclar comenzó la espumación. La espuma resultante mostró una contracción severa y una pobre estructura celular.

15 A una mezcla de resina similar y semejante agente hinchador, se añadió un catalizador, consistente en 5 g. de una mezcla de ácido o-fosfórico (87%), ácido sulfúrico concentrado e isopropanol (2:1:3 partes de peso). El tiempo de crema fue de 18 segundos, lo que fue suficiente para una buena mezcla de resina y catalizador. La mezcla se expansionó a alrededor de 50 veces su volumen original, pero debido a la lenta cura, la espuma mostró una severa contracción y la espuma final
20 mostró una densidad superior a 100 kg/m^3 .

 Debido a la alta reactividad de la resina, la cantidad de catalizador no pudo ser incrementada con el fin de vencer la lenta cura responsable de la contracción.

25 EJEMPLO II

 Un número de espumas fueron preparadas con amplias variaciones en la composición del polímero. Las formulaciones fueron indicadas junto con propiedades de las espumas en la tabla A siguiente.



Composición de polímero partes por 100 partes de polímero.

T a b l a A

| Espuma No. | Urea . | Formaldehido | Furfuril alcohol incl. resina de furano | Resina UFF 1 : 3 : 3 | Resina de furano | Furfuril alcohol | Silicona | Urea . | Formaldehido | Lignin sulfonato de amonio | n-hexano | H ₃ PO ₄ : H ₂ SO ₄ 1,4 butanodiol 4:2:4,5 H ₃ PO ₄ : H ₂ SO ₄ isopropanol 4:2:6 | Tiempo de crema seg. | Tiempo de subida seg. | Contracción | Homogeneidad | Densidad, kg/m ³ | 10% fuerza compresiva, kg/cm ² |
|------------|--------|--------------|---|----------------------|------------------|------------------|----------|--------|--------------|----------------------------|----------|--|----------------------|-----------------------|-------------|--------------|-----------------------------|---|
| a | 5 | 45 | 50 | 37,7 | 12 | 13 | 1 | | 37,5 | 20 | 3 | 10 | 39 | 45 | 1/2 | 0 | 19,62 | |
| b | 15 | 35 | 50 | 75,5 | | | 1 | 4,8 | 19,7 | 20 | 3 | 10 | 17 | 41 | 0 | 0 | 32,69 | |
| c | 25 | 25 | 50 | 75,5 | | | 1 | 14,8 | 9,7 | 20 | 3 | 10 | 26 | 100 | 0 | 0 | 44,85 | |
| d | 5 | 35 | 60 | 37,1 | 17,5 | 17,9 | 1 | | 27,5 | 20 | 3 | 10 | 79 | 49 | 1/2 | 0 | 13,59 | |
| e | 20 | 20 | 60 | 90,6 | | | 1 | 7,8 | 1,6 | 20 | 3 | 10 | 25 | 71 | 0 | 0 | 19,98 | |
| f | 10,5 | 21 | 68,5 | 100 ⁺ | | | 1 | | | 20 | 3 | | 30 | 90 | 1/2 | 0 | 25,67 | |
| g | 13,5 | 20,3 | 66,2 | 100 | | | 1 | | | 20 | 3 | | 27 | 63 | 1/2 | 0 | 13,09 | |
| h | 10,8 | 16,2 | 73 | 160 | 20 | 20 | 2 | | | 75 | 6 | 25 | 38 | 47 | ≤ 1/2 | 0 | 34,26 | 0,43 |
| i | 5,4 | 8,1 | 86,5 | 80 | 100 | 20 | 2 | | | 75 | 6 | 30 | 61 | 81 | 1/2 | 0 | 45,37 | 0,69 |
| j | 5,4 | 8,1 | 86,5 | 80 | 40 | 80 | 2 | | | 75 | 6 | 35 | 57 | 44 | 1 | 0 | 16,44 | 0,16 |
| k | 1,35 | 2,03 | 96,62 | 20 | 140 | 40 | 2 | | | 75 | 6 | 40 | 45 | 17 | 0 | 0 | 76,16 | 1,4 |
| l | 1,35 | 2,03 | 96,3 | 20 | 100 | 80 | 2 | | | 75 | 6 | 50 | 39 | 8 | 0 | 0 | 58,11 | 1,2 |

x La resina de urea-formaldehido furfuril alcohol usada en esta espuma tuvo una proporción molar de 1 : 4 : 4.

418064



1 Las espumas fueron preparadas mezclando resina de
urea-formaldehido furfuril alcohol preparada de acuerdo con
el ejemplo XIII, resina de furano, preparada de acuerdo con
el ejemplo XII y furfuril alcohol, y añadiendo a la mezcla
5 un surfactante, un agente hinchador y un rellenedor. En las
espumas con las referencias a hasta e se incluyó en la resina
más urea y/o formaldehido. A esta mezcla se añadió, con vi-
gorosa agitación, el catalizador consistente en una mezcla
de ácidos en butanodiol. Cuando se mezclaron apropiadamente
10 catalizador y resina, la mezcla fué vertida en un molde de
aluminio con dimensiones de 120 x 200 x 50 mm. y se dejó su-
bir. Las espumas se curaron rápidamente y no se necesitó nin-
guna cura posterior. Se anotaron el tiempo de crema y de ele-
vación y se midió la contracción por una escala interna desde
15 0 (ninguna contracción) hasta 3 (grave contracción, colapso).
Las espumas fueron cortadas y se observó una estructura celu-
lar caracterizada por la escala de homogeneidad que va desde
0 (ninguna hendidura u oquedad) hasta 3 (un número de peque-
ñas hendiduras y/o algunas pocas oquedades). La densidad de
20 las espumas fué medida y en algunos casos la resistencia com-
presiva de 10% fué medida usando el ensayo ASTM D 1621/64:

Todas las espumas fueron de buena calidad y tuvie-
ron resistencia a la abrasión mejorada sobre las espumas co-
nocidas. De la tabla A puede observarse que las propiedades
25 de las espumas pueden ser variadas cambiando la composición
del polímero. Generalmente las espumas con bajo contenido
de furfuril alcohol y alto contenido de resina de furano, _

30

418061

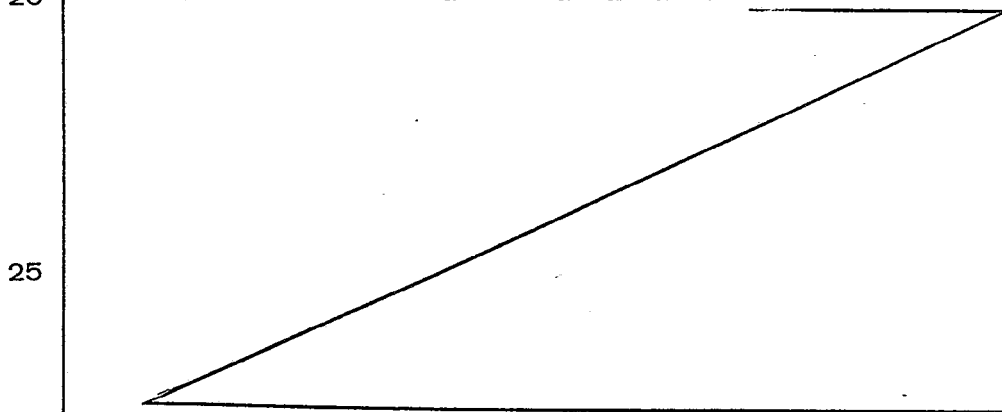


1
5
tienden a ser un poco más duras y frágiles y a tener una estructura celular ligeramente más gruesa, mientras que espumas conteniendo bajas cantidades de furfuril alcohol y bajo contenido de resina de furano, tienen una estructura celular muy fina y celdas muy pequeñas. También estas espumas son más tenaces y elásticas y muestran mejor resistencia a la fatiga vibracional.

10
15
De las espumas con las referencias i y j aparece que las espumas teniendo la misma composición pueden hacerse con diferentes densidades usando diferentes formulaciones. Las espumas mostraron muy buen rendimiento en los ensayos de fuego. Por ejemplo, los tiempos de combustión pasante en el ensayo de mechero de propano de la Oficina de minas de EE.UU. fueron de 5 a 10 veces aquellos de las espumas comerciales de fenol formaldehído.

EJEMPLO III.

20
las formulaciones dadas en la Tabla C.



30

Composición de poli-
mero parte por 100
partes de polímero.

T A B L A C

| Espuma No. | Urea | Formaldehido | Furfuril alcohol inc. resina furano | Resina UFF 1:3:3 | Resina de furano | Furfuril alcohol | Paraformaldehido | Surfactante de silicona | Falco | Lignin sulfanato de amonio | Negro de carbono | Fenol | Freon 113 | n-hexano | H ₃ PO ₄ -H ₂ SO ₄ isopropanol 4:2:6 | H ₃ PO ₄ -H ₂ SO ₄ 1,4 butanodiol 4:2:4,5 | Densidad kg/m ³ | 10% fuerza compresiva, kg/cm ² |
|------------|------|--------------|-------------------------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|-------------------------|-------|----------------------------|------------------|-------|-----------|----------|--|---|----------------------------|---|
| a | 3,9 | 3,9 | 96,1 | | 30 | 20 | 2 | 1 | 10 | | | | 6 | | 24 | | 9,8 | 0,08 |
| b | 3,9 | 3,9 | 96,1 | | 35 | 15 | 2 | 1 | 10 | | | | 6 | | 24 | | 13,1 | 0,11 |
| c | 3,9 | 3,9 | 96,1 | | 40 | 10 | 2 | 1 | 10 | | | | 6 | | 24 | | 16,4 | 0,12 |
| d | 3,9 | 3,9 | 96,1 | | 45 | 5 | 2 | 1 | 10 | | | | 6 | | 24 | | 27,7 | 0,19 |
| e | 3,9 | 3,9 | 96,1 | | 50 | 0 | 2 | 1 | 10 | | 5 | | 6 | | 24 | | 40,6 | 0,33 |
| f | 4,4 | 6,3 | 86,8 | 25 | 50 | | | 1 | | | 5 | | 6 | | 24 | | 13,0 | 0,32 |
| g | 5,9 | 8,9 | 85,2 | 25 | 32 | | | 1 | | | 5 | | 6 | | 12 | | 37,5 | 0,9 ⁺ |
| h | 6,1 | 9,2 | 84,6 | 50 | 45 | 15 | | 1 | | 30 | | 10 | 6 | | | 21 | 35,7 | 0,78 |
| i | 4,7 | 7,1 | 88,2 | 70 | 91 | 39 | | 2 | | 45 | | | 6 | | | 42 | 16,5 | 0,37 |
| j | 6,8 | 10,2 | 83,1 | 100 | 70 | 30 | | 2 | | 45 | | | 6 | | | 42 | 17,8 | 0,47 |
| k | 4,7 | 7,1 | 88,2 | 70 | 91 | 39 | | 2 | | 45 | | | 6 | | | 42 | 19,8 | 0,54 |
| l | 4,7 | 7,1 | 88,2 | 70 | 91 | 39 | | 2 | | 75 | | | 6 | | | 42 | 25,2 | 0,54 |
| m | 6,8 | 10,2 | 83,1 | 100 | 92,3 | 7,7 | | 2 | | 75 | | | 6 | | | 42 | 32,6 | 0,98 |
| n | 6,8 | 10,2 | 83,1 | 70 | 120 | 10 | | 2 | | 45 | | | 6 | | | 42 | 45,5 | 1,56 |
| o | 1,35 | 2,0 | 96,6 | 20 | 140 | 40 | | 2 | | 75 | | | 6 | | | 40 | 76,2 | 1,40 |

78061



21

1

Las espumas con las referencias a - e son espumas de furano preparadas de acuerdo con procedimientos conocidos según la patente de EE.UU n^o. 3. 390.107 y la solicitud de patente británica n^o. 43.033/71. Sus composiciones están fuera del presente invento, mientras que las espumas con las referencias f - o son espumas muy modificadas con un amino compuesto (urea) y teniendo una composición incluida en las reivindicaciones de la presente solicitud de patente. Las espumas fueron preparadas usando la técnica descrita en el ejemplo II.

5

10

15

La resistencia compresiva de las espumas, se describe en la fig. 5, que muestra claramente que las espumas modificadas con urea (1) tienen resistencia mucho más alta a densidades comparables, que las resinas sin urea (2).

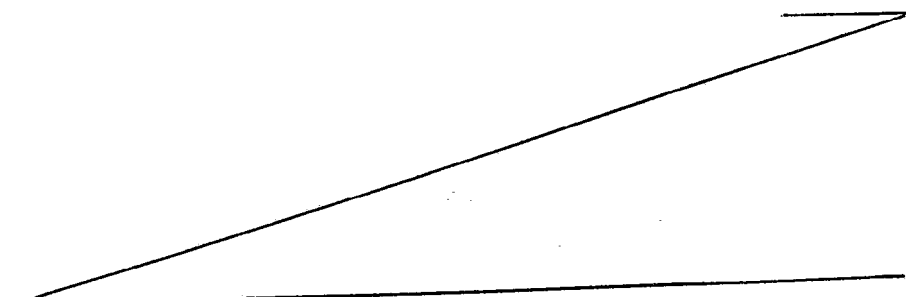
EJEMPLO IV

20

Se prepararon espumas muy buenas usando diferentes rellenos. En la tabla D se indican resultados típicos de usar un relleno inorgánico no reactivo, talco, y un relleno orgánico reactivo, sulfonato de lignina.

25

30



418061

/hoja 20/



Composición de
polímero.

T A B L A
D.

| Espuma N.º | Partes de urea | Partes de formaldehído | Furfuril alcohol incl. resina de furano | Resina UFF 1 : 3 : 3. | Resina de furano | Furfuril alcohol. | Talco | Lignin sulfonato de amonio | Silicona | n-hexano | H ₃ PO ₄ -H ₂ SO ₄ 1,4 butanodiol 4 : 2 : 4,5 | Tiempo de crema seg. | Tiempo de subida seg. | Densidad kg/m ³ | Contracción | Tiempo de combustión pasante en segundos | Tiempo de combustión pasante a densidad unitaria seg./kg/m ³ |
|------------|----------------|------------------------|---|-----------------------|------------------|-------------------|-------|----------------------------|----------|----------|---|----------------------|-----------------------|----------------------------|---------------|--|---|
| a | 1,35 | 2,0 | 96,6 | 20 | 100 | 80 | 75 | | 2 | 6 | 50 | 38 | 5 | 25,4 | 0 | 540 | 21,3 |
| b | 3,4 | 5,1 | 91,6 | 50 | 70 | 80 | 75 | | 2 | 6 | 40 | 49 | 13 | 10,2 | $\frac{1}{2}$ | 505 | 49,3 |
| c | 10,8 | 16,2 | 73,0 | 160 | 20 | 20 | 75 | | 2 | 6 | 25 | 49 | 40 | 13,4 | $\frac{1}{2}$ | 290 | 20,8 |
| d | 1,35 | 2,0 | 96,6 | 20 | 100 | 80 | | 75 | 2 | 6 | 50 | 39 | 9 | 52,1 | 0 | 660 | 11,4 |
| e | 3,4 | 5,1 | 91,6 | 50 | 70 | 80 | | 75 | 2 | 6 | 40 | 57 | 33 | 16,7 | $\frac{1}{2}$ | 705 | 49,4 |
| f | 10,8 | 16,2 | 73,0 | 160 | 20 | 20 | | 75 | 2 | 6 | 25 | 38 | 48 | 34,3 | $\frac{1}{2}$ | 670 | 19,5 |

Dos espumas comerciales de Fenol formaldehído de densidad 21,0 y 17,7 kg/m³ dieron tiempos de combustión pasante de 32,2 y 31,0 segundos, respectivamente.

418061

21



- 21.-

1 Todas las espumas tienen una fina estructura celu-
lar y buenas propiedades mecánicas. Se ha demostrado que el
uso del sulfonato de lignina de amonio, en lugar de talco,
5 hace posible preparar espumas de más alta densidad del mismo
nivel de furfuril alcohol.

 También es evidente que el sulfonato de lignina
de amonio incrementa el tiempo de subida de una formulación
dada, que es una clara ventaja en la producción de artículos
10 moldeados.

EJEMPLO V

Se preparó una espuma usando

120 g. de resina de urea-formaldehído-furfuril
alcohol (proporción molar 1:3:3)

50 g. de resina de furano

15 30 g. de furfuril alcohol

2 g. de surfactante de silicona

6 g. de n-hexano

como rellenedor.

75 g. de azúcar de hielo (sucrosa molida).

20 Los componentes fueron bien mezclados y se añadi-
eron con rápida agitación, 25 g. de un catalizador consis-
tente en ácido fosfórico, ácido sulfúrico y 1,4 butanodiol
(4:2:4,5). La espuma tuvo una densidad de 51,7 kg/m³ y una
resistencia compresiva al 10% de 2,12 kg/cm². La estructu-
25 ra celular fué buena y la espuma fué tenaz.

EJEMPLO VI

Una espuma fué preparada usando los mismos compo-
nentes que en el ejemplo V, excepto que el azúcar de hielo

30



1 fué remplazado por harina de madera (75 g).

La espuma tuvo una densidad de $15,3 \text{ kg/m}^3$ y una resistencia compresiva de $0,14 \text{ kg/cm}^2$. La estructura celular fué buena y la espuma tenaz.

5 EJEMPLO VII

Una espuma fué preparada usando los mismos componentes que en el ejemplo V, excepto que el azúcar de hielo fué remplazado por harina de patatas. La espuma tuvo buena estructura celular con un tamaño medio de celda de 70 micras, una densidad de 22 kg/m^3 y una resistencia compresiva de $0,19 \text{ kg/cm}^2$.

10 EJEMPLO VIII

Una espuma fué preparada usando los mismos componentes que en el ejemplo VI, excepto que la harina de madera fué remplazada por 75 g. de derivado de lignina (Borrebbon Special, de Borregaard, Noruega). El resultado fué similar a los resultados del ejemplo VI.

15 EJEMPLO IX

En este ejemplo se demuestra que pueden hacerse buenas espumas con proporciones muy diferentes de los tres componentes de polímero: resina de urea-formaldehido, furfural alcohol y resina de furfural alcohol. Como resina de urea formaldehido, se emplearon dos resinas de urea-formaldehido-furfural alcohol teniendo las proporciones molares de los tres componentes 1:3:3 y 1:4:4. La resina de furano se preparó de acuerdo con el ejemplo 16.

Las formulaciones usadas se indican en la tabla E siguiente.

418061

21



- 23. -

1 Todas las espumas mostraron buena homogeneidad, estructura
celular fina y buena resistencia a la fatiga vibracional.
Las densidades de espuma dependen de las formulaciones y
5 y pueden ser variadas en un amplio alcance seleccionando las
proporciones apropiadas de los tres componentes polímeros.
También se ha demostrado que el tipo y la cantidad del re-
llenador es un factor importante, que tiene una fuerte in-
fluencia sobre las propiedades de espuma.

10

T a b l a E

| | a | b | c | d | e | f | g | h | i | j | k | l | m | n |
|---|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| 15 Resina UFF 1 : 3 : 3 | 40 | 130 | 130 | 50 | 30 | 160 | 100 | 50 | 20 | 160 | 80 | | | |
| Resina UFF 1 : 4 : 4 | | | | | | | | | | | | 130 | 40 | 160 |
| Resina de furano | 140 | 60 | 10 | 70 | 120 | 20 | 40 | 70 | 100 | 20 | 40 | 60 | 140 | 20 |
| Furfuril alcohol | 20 | 10 | 60 | 80 | 50 | 20 | 60 | 80 | 80 | 20 | 80 | 10 | 20 | 20 |
| 20 Surfactante de silicona | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 |
| Ligninsul- fonato | 75 | 75 | 75 | 75 | | | | | 40 | 40 | 40 | 75 | 75 | 75 |
| Talco | | | | | 75 | 75 | 75 | 75 | | | | | | |
| n-hexano | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 |
| H ₃ PO ₄ : H ₂ SO ₄ : | | | | | | | | | | | | | | |
| 25 1.4 butanodiol (4:2:4,5) | 25 | 25 | 25 | 40 | 50 | 25 | 25 | 40 | 55 | 25 | 30 | 25 | 30 | 25 |
| Tiempo crema seg. | 126 | 42 | 73 | 57 | 34 | 49 | 80 | 49 | 45 | 55 | 87 | 52 | 90 | 66 |
| Tiempo subida seg. | 73 | 78 | 89 | 31 | 5 | 40 | 39 | 13 | 7 | 42 | 38 | 110 | 105 | 144 |
| Densidad kg/m ³ | 82,3 | 32,4 | 25,5 | 16,7 | 33,3 | 13,4 | 16,4 | 10,2 | 51,9 | 20,8 | 12,0 | 44,7 | 86,4 | 43,7 |

30



1

EJEMPLO X

Se prepararon espumas usando las mismas formulaciones que en el ejemplo IX, pero remplazando la resina de furano, preparada de acuerdo con el ejemplo XVIII, por un prepolímero de resina de furano comercialmente disponible (Durez 16470, de Hooker Chemical, S.A., Bélgica). Otro prepolímero útil es Varcum 29 - 577 de Reichhold.

5

Se obtuvieron resultados similares a los resultados del ejemplo IX.

10

EJEMPLO XI

Se prepararon espumas usando las fórmulas dadas en la tabla F. En la fig. 4, las proporciones de los componentes se ilustran en un diagrama triangular. La temperatura máxima de la segunda exotermia fué determinada sobre las espumas usando la técnica descrita en la parte de introducción de la presente memoria descriptiva. Independientemente del tipo y de la cantidad del rellenedor, las espumas teniendo segundas exotermias se encuentran en el ángulo izquierdo inferior del diagrama triangular, correspondiendo a altos niveles de resina de furano y bajos niveles de resina de urea-formaldehído-furfuril alcohol. La línea fronteriza exacta entre espumas libres de exotermia y espumas con segunda exotermia, depende del tipo de resina de urea-formaldehído y de la cantidad de rellenedor.

15

20

25

Una comparación de la espuma nº 5 y de la nº 6, demuestra que se suprime la segunda exotermia sustituyendo talco por sulfonato de lignina.

30

Una comparación de espumas con diferentes niveles

418061

21 ADO 1952

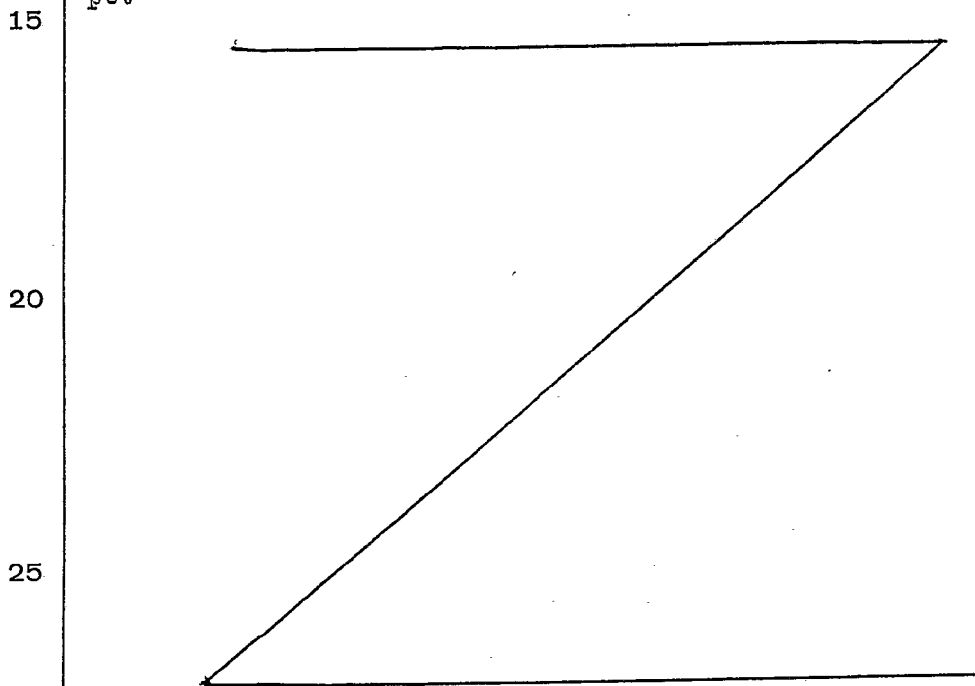


- 25.-

1 de sulfonato de lignina, como rellenedor, demuestra que la
segunda exotermia es reducida o suprimida por aumento en el
nivel rellenedor.

5 En la fig. 3, se ilustran las áreas, en las que
las espumas de este ejemplo tienen una segunda exotermia.
Las áreas exotérmicas se encuentran en el ángulo izquierdo
inferior del triángulo y el efecto de tipo y cantidad de re-
llenador se demuestra por el diferente tamaño de las áreas.

10 Dos resinas comerciales de fenol-formaldehido, mos-
traron muy pesada segunda exotermia cuando se ensayaron de
modo similar a las espumas arriba señaladas. Las temperatu-
ras máximas registradas fueron de 580 y 595^o C y la evolu-
ción de calor y humo, continuó durante un considerable tiem-
15 po.



30



141800 2

T A B L A F

| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 |
|-----|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| 20 | 40 | 50 | 30 | 40 | 40 | 30 | 40 | 40 | 50 | 60 | 80 | 100 | 80 | 160 |
| 150 | 140 | 120 | 120 | 100 | 100 | 120 | 140 | 100 | 70 | 100 | 100 | 40 | 100 | 20 |
| 20 | 20 | 30 | 50 | 60 | 60 | 50 | 20 | 60 | 80 | 40 | 20 | 60 | 20 | 20 |
| 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 |
| 75 | 75 | 75 | 75 | 75 | 75 | 75 | 40 | 40 | 75 | 75 | 75 | 75 | 40 | 40 |
| 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 |
| 25 | 25 | 25 | 50 | 25 | 25 | 50 | 30 | 30 | 40 | 25 | 30 | 25 | 30 | 25 |
| 105 | 82.3 | 43.6 | 50.5 | 56.0 | 18.4 | 33.3 | 39.6 | 31.9 | 16.7 | 47.5 | 18.5 | 16.4 | 23.8 | 20.8 |
| 415 | 275 | 220 | 460 | 210 | 310 | 575 | 355 | 540 | 200 | 200 | 200 | 200 | 200 | 205 |

Resina UFF 1:3:3
 Resina de furano
 Furfuril alcohol
 Surfactante de silicona
 Lignin sulfonato
 talco
 n-hexano
 $H_3PO_4:H_2SO_4:$
 1,4 butanodiol
 (4:2:4,5)
 Densidad, kg/m³
 Temperatura máxima de
 2ª exotermita 9C.

1 10 15 20 25 30

478061



- 27.-

1

EJEMPLO XII

Preparación de resina de furano.

35 kg. de furfuril alcohol y

10 kg. de agua

5

se cargaron en un recipiente de reacción de 45 l., equipado con envuelta, agitador, termómetro y equipo de destilación al vacío.

10

La mezcla fué calentada a 65° C. y se añadió ácido sulfúrico (1 normal) hasta que se alcanzó un pH entre 2,4 y 2,5. Durante todo el periodo de reacción se midió el pH y se mantuvo a 2,4 - 2,5. Después de 5 horas la temperatura se elevó a 85° C. La reacción fué seguida midiendo el índice refractivo de la fase de resina. A un índice refractivo de 1,5400 la reacción fué detenida neutralizando con hidróxido sódico. La capa acuosa fué separada y desechada, y el agua residual suprimida por destilación al vacío. La resina fué un líquido claro rojo-castaño teniendo una viscosidad de 1.250 cps (25° C) y un peso equivalente de OH de 356. Esta resina de furano y otras resinas preparadas por este método, se han usado en un número de las espumas arriba mencionadas.

15

20

EJEMPLO XIII

Preparación de resina de urea-formaldehido-furfuril alcohol

6,25 kg. de urea,

25

9,35 kg. de paraformaldehido y

30,4 kg. de furfuril alcohol (proporción molar 1:3:3)

se mezcló en un recipiente de reacción de 45 l. equipado con agitador, camisa calentadora y refrigeradora, termómetro y

30



1 equipo de destilación al vacío. Se añadieron 100 ml. de hidróxido de amonio 4 N. La temperatura se mantuvo a 90° C. y el pH se conservó entre 9, y 10 durante 2,5 horas por adición de hidróxido sódico 4 N. La temperatura entonces se
5 bajó a 80° C y el pH se cambió a 2,5 por adición de ácido sulfúrico 4 N. Cuando la viscosidad de la mezcla había aumentado a 300 cps (25°C) la mezcla fué neutralizada con hidróxido sódico y agua se separó por destilación al vacío.

10 El producto fué una resina amarilla clara, teniendo una viscosidad de alrededor de 25.000 cps.

El valor OH, determinado según un procedimiento normalizado, fué de 408.2 correspondiente a un peso equivalente OH de 137.5.

15 Esta resina ha sido usada en un número de los ejemplos arriba mencionados.

EJEMPLO XIV

Fué preparada una resina, similarmente a la resina en el ejemplo XIII, excepto que furfuril alcohol fué reemplazado por propileno - glicol.

20 Una espuma fué preparada mezclando

80 g. de la resina,

100 g. de resina de furano

20 g. de furfuril alcohol

25 2 g. de surfactante de silicona,

75 g. de sulfonato de lignina

6 g. de n-hexano y

como un catalizador

30

418061

2



- 29.-

1

30 g. de una mezcla de ácido o-fosfórico (87%) de ácido sulfúrico y 1,4-butano-diol (proporción de peso 4,2:4,5).

5

El tiempo de crema fué de 153 segundos, el tiempo de subida de 237 segundos. La densidad de la espuma fué de 109 kg/m^3 . La espuma no mostró ninguna segunda exotermia y tuvo muy buenas propiedades mecánicas y una estructura celular fina. Después del ensayo exotérmico, es decir, 30 minutos a 200°C , las propiedades mecánicas de la espuma todavía fueron buenas.

10

EJEMPLO XV

Usando el método del ejemplo XIII se preparó una resina usando:

15

1,8 kg. de urea,

3,8 kg. de paraformaldehido

11,8 kg. de furfuril alcohol (proporción molar 1:4:4)

20

La resina obtenida fué muy similar a la resina del ejemplo XIII. Espumas preparadas usando esta resina se mencionan en el ejemplo IX. (l, m y n).

EJEMPLO XVI

Usando el método del ejemplo XIII se preparó una resina de,

25

3,12 kg. de urea,

4,7 kg. de paraformaldehido,

30,4 kg. de furfuril alcohol, (proporción molar 1 : 3 : 6).

30

En este caso, la reacción fué detenida a una viscosidad



1 sidad de la mezcla de reacción de 75 cps. La resina obteni-
da después de destilación fué clara de color rojizo naranja
y tuvo una viscosidad de 3.000 cps.

5 EJEMPLO XVII

Una espuma fué preparada usando 200 g. de resina
preparada de acuerdo con el ejemplo XVI. La resina fué mez-
clada con 2 g. de surfactante de silicona, 6 g. de n-hexano
y 40 g. de sulfonato de lignina. 25 g. de un catalizador
10 (ácido fosfórico: ácido sulfúrico: 1,4 butanodiol (4:2:4,5
partes por peso)) se añadieron con agitación y se dejó expan-
sionar la mezcla. La espuma tuvo una estructura celular muy
fina, una densidad de 13,5 kg/m³ y no mostró ninguna segunda
exotermia.

15 EJEMPLO XVIII

Usando el método del ejemplo XIII fué preparada
una resina de:

1,56 kg. de urea,

2,35 kg. de paraformaldehído,

20 30,4 kg. de furfúril alcohol. (Proporción molar
1:3:12).

La resina fué clara de color castaño oscuro y tuvo
una viscosidad de 4.500 cps.

25 EJEMPLO XIX

Se preparó una espuma usando,

100 g. de resina preparada según el ejemplo XVIII

50 g. de resina de furano preparada según el ejem-
-plo XII

50 g. de furfúril alcohol,

30

418061

21 AGO 1953



- 31.-

1

2. g. de surfactante de silicóna,
12 g. de tricloro-trifluor etano,
20 g. de sulfonato de lignina,
30 g. de mezcla de catalizador

5

(ácido fosfórico : ácido sulfúrico : 1,4 butano-
diol 4:2:4,5 partes de peso).

La espuma, tuvo una estructura celular fina y buenas propiedades mecánicas. La densidad fué de $20,3 \text{ kg/m}^3$.

10

EJEMPLO XX

Usando el método del ejemplo XIII, se preparó una resina de,

15

3,0 kg. de urea,
15,8 kg. de paraformaldehido
19,8 kg. de furfuril alcohol
(proporción molar 1: 10 : 4).

La resina obtenida fué similar a la resina del ejemplo XIII.

20

EJEMPLO XXI

Se preparó una espuma usando,

100 g. de resina, preparada de acuerdo con el ejemplo XX,

25

1 g. de surfactante de silicona
6 g. de tricloro-trifluoro-etano, como catalizador,
15 g. de una mezcla de ácido o-fosfórico (87%)
2: ácido sulfúrico : 1,
butanodiol
(4 : 2 : 4,5 partes de peso).

30

La espuma tuvo una estructura celular muy fina y



1 buenas propiedades mecánicas. No se observó ninguna segun-
da exotermia.

EJEMPLO XXII

5 Usando el método del ejemplo XIII se preparó una
resina de,

12 kg. de urea

3 kg. de paraformaldehído

9,8 kg. de furfuril alcohol

10 (proporción molar 1 : 0,5 : 0,5).

La resina obtenida fué similar a la resina del _
ejemplo XIII.

EJEMPLO XXIII

Una espuma fué preparada usando

15 100 g. de resina, preparada de acuerdo con el _
ejemplo XXII,

50 g. de resina de furano, preparada según el ejem-
plo XII

50 g. de furfuril alcohol

20 2 g. de surfactante de silicona

6 g. de n-hexano y como un catalizador

30 g. de una mezcla de ácido o-fosfórico : ácido
sulfúrico : 1,4 butanodiol.

(4 : 2 : 4,5 partes de peso).

25 La espuma tuvo estructura celular fina y fué te-
naz y elástica. No se observó ninguna segunda exotermia.

EJEMPLO XXIV

Se preparó una resina usando

30 120 g. de urea

418061

21



- 33.-

1

250 g. de paraformaldehido

98 g. de furfuril alcohol

Los componentes fueron mezclados en un vaso y se añadieron

5

3 ml. de hidróxido sódico y

2 ml. de hidróxido amónico.

Debido a la disolución de urea, la temperatura de la mezcla comienza a bajar. Después de breve tiempo, sin embargo, se inicia una reacción isotérmica, elevando la temperatura a 40 - 50° C.

10

Después de mezclar durante alrededor de media hora, la mezcla es clara. La viscosidad de la resina es de alrededor de 1.000 cps.

15

EJEMPLO XXV

Se preparó una espuma usando,

100 g. de resina preparada de acuerdo con el ejemplo XXIV

1 g. de surfactante de silicona

y como un catalizador

20

8 g. de una mezcla de ácido o-fosfórico : ácido

sulfúrico : 1,4 butanodiol,

(4 : 2 : 4,5 partes de peso).

El tiempo de crema fué de 27 segundos, el tiempo de subida , de 41 segundos.

25

Se preparó otra espuma usando

69,5 g. de resina preparada de acuerdo con el ejemplo XXIV

30,5 g. de resina de furano preparada de acuerdo con el ejemplo XII.

30



1

1 g. de un surfactante de silicona

y como un catalizador

10 g. del catalizador ácido.

5

Tiempo de crema fué de 27 segundos, tiempo de subida, 41 segundos.

EJEMPLO XXVI

Se prepararon resinas usando el método descrito en el ejemplo XIII, remplazando urea por

10

a) urea y tio-urea, proporción molar 1 : 0,5

b) melamina y urea, proporción molar 1 : 3

Se obtuvieron resinas de las que pudieron prepararse espumas usando formulaciones similares a las del ejemplo XXV.

15

EJEMPLO XXVII

Se preparó una espuma, tal como se describe en el ejemplo IX, usando la formulación abajo mencionada.

20

Muestras con las dimensiones de 80 mm. x 50 mm. x 300 mm. se cortaron de la espuma y se sujetaron adhesivamente y engraparon a la placa de vibración plana de un generador PYE - LING y se hicieron vibrar a un régimen de frecuencias y amplitudes durante periodos de 50 minutos como se muestra en la tabla G. No se observó ninguna evidencia de fallo y al volver a ensayar no se encontró ninguna reducción en las propiedades de compresión.

25

40 partes de peso de resina de furano, 60 partes de peso de resina de urea formaldehido, furfuril alcohol, 20 partes de peso de sulfonato de lignina de amonio, 0,2 partes de peso de agente de control de celdas de silicona y

30

418061

2



1

6 partes de peso de freon 113, a las que se añadieron 4,8 partes de peso de propan-2-ol y 7,2 partes de peso de ácido tetrafosfórico.

TABLA G

5

| Frecuencia Hz | Amplitud mm. | Densidad kgm ³ | 10% Fuerza com- presiva KNm ² |
|------------------|-----------------|------------------------------|---|
|------------------|-----------------|------------------------------|---|

10

| | | | |
|-----|---------|----|----|
| | Control | 25 | 40 |
| 25 | 5,85 | 22 | 40 |
| 75 | 3,05 | 26 | 36 |
| 250 | 0,28 | 28 | 40 |

EJEMPLO XXVIII

15

Se prepararon espumas usando las formulaciones dadas en la tabla H.

Los componentes A y B fueron mezclados y se dejaron subir las espumas en un molde de aluminio.

20

La densidad y las propiedades mecánicas se ilustran en la tabla H de más abajo. También fué medido el índice de oxígeno. Se usaron dos diferentes tipos de mezclas de catalizador con propan - 2-ol y 1,4/butanodiol respectivamente como diluyente para el ácido. El tipo del alcohol tuvo una influencia sobre la densidad de la espuma, dando el propan-2-ol densidades inferiores a las del butanodiol. El índice de oxígeno se mejoró ligeramente por el uso de propano-2-ol. Se observó que diferentes tipos de puntos terminales fueron comprobados en el ensayo.

25

Efectivamente, no tiene lugar en la espuma ninguna combustión real. En la espuma número 1 se observó incan-

30

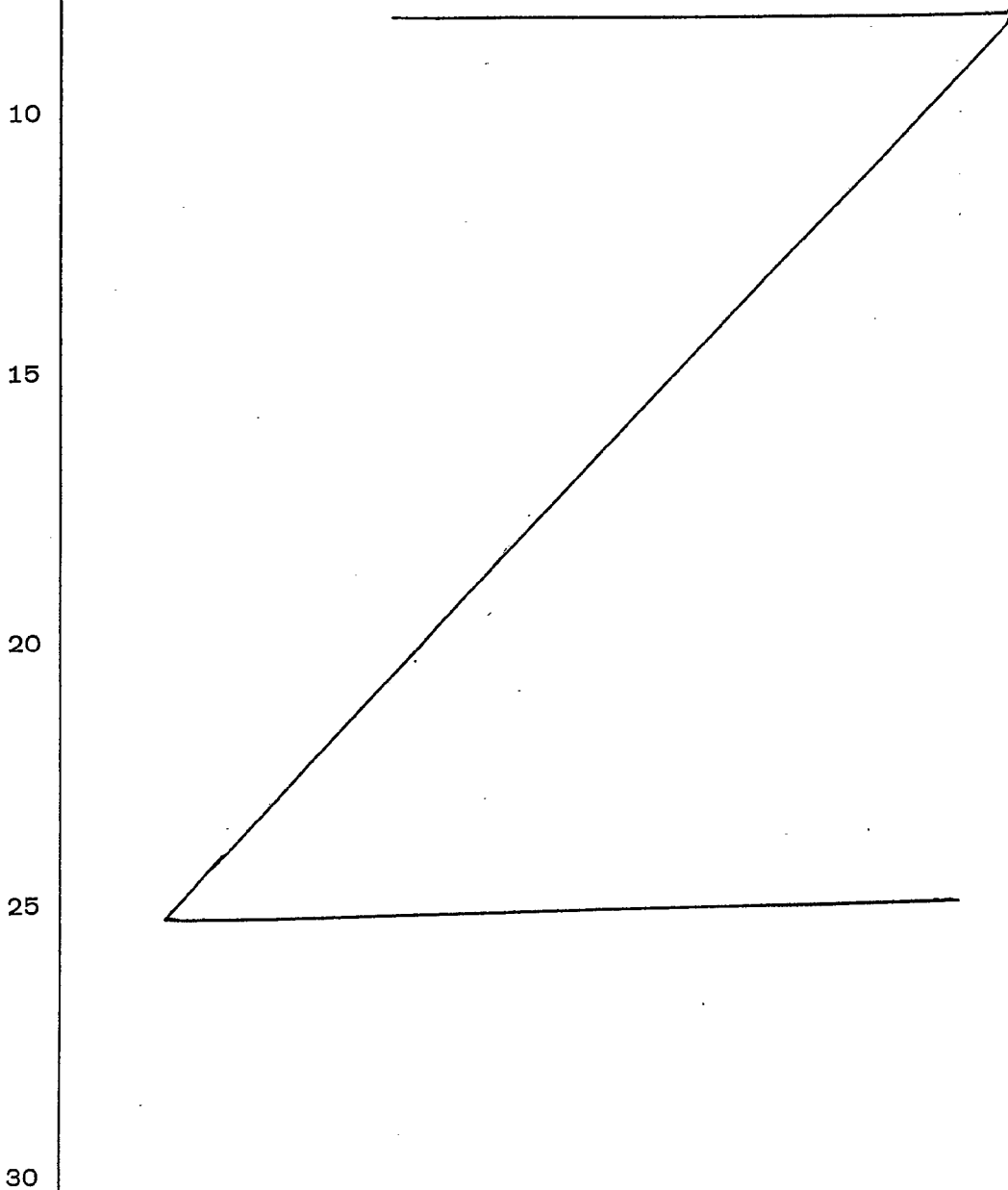
8061

21



1 descencia posterior correspondiente a la segunda exotermia
hallada en esta espuma.

5 Todos los índices de oxígeno son altos, en compa-
ración con otros materiales. Una lista de índices de oxígeno
para otras espumas, se menciona en la tabla I.



478061

21 AGO 1963



- 37.-

1

Tabla H

| Número de formulación | a | b | c | d | e | f | |
|---------------------------------|--------------------------------------|------|--------------------|------------|--|------------|------------|
| <u>Componente A</u> | | | | | | | |
| Furfuril alcohol g. | 3.9 | | 40 | | 20 | | |
| 5 Resina furano g. | 46.1 | | - | | 20 | | |
| Resina UFF(1:3:3) | 50.0 | | 60 | | 60 | | |
| Surfactante silicona g. | 1 | | 1.4 | | 1 | | |
| Lignin-sulfonato g. | 37.5 | | 40 | | 20 | | |
| Dimetoximetano g. | | | 8 | | 8 | | |
| Hexano g. | 3 | | | | | | |
| <u>Componente B</u> | | | | | | | |
| 10 Acido fosfórico g. | 5.4 | 5.3 | 6.7 | 6.7 | 5.3 | 5.3 | |
| Acido sulfúrico g. | 2.8 | 2.7 | 3.3 | 3.3 | 2.7 | 2.7 | |
| Propan-2-ol g. | | 8 | | 10 | | 8 | |
| butanodiol g. | 6.2 | | 7.5 | | 6.0 | | |
| 15 Densidad Kgm^{-3} | 50 | 31.8 | 14.6 | 11.3 | 15.1 | 13.0 | |
| Proporciones compresión | | | | | | | |
| Módulo KNm^{-2} | 2500 | 1250 | 200 | 90 | 235 | 200 | |
| 10% sollicitación kNm^{-2} | 92 | 48 | 11.7 | 5.6 | 15.7 | 11.8 | |
| 20% sollicitación KNM^{-2} | 102 | 47 | 12.0 | 5.8 | 16.2 | 11.6 | |
| 20 30% sollicitación KNm^{-2} | 109 | 47 | 12.1 | 6.0 | 16.8 | 11.9 | |
| Oxígeno crítico | 37.8 | 38.2 | 41.9 | 44.8 | 38.1 | 39.5 | |
| Indice | deflagrado después de incandescencia | | lenta deflagración | deflagrado | deflagrado ligera incandescencia posterior | deflagrado | deflagrado |
| 25 | | | | | | | |
| 30 | | | | | | | |



TABLA I.

Comparación del índice de oxígeno para varias espumas orgánicas.

| <u>Material</u> | <u>Índice de oxígeno</u> |
|-------------------------------------|--------------------------|
| Poliestireno | 20 |
| Retardante de fuego de poliestireno | 31 |
| Poliuretano | 22 |
| Retardante de fuego de poliuretano | 24 |
| Poliisocianurato | 31 |
| fenol formaldehido | 30 |

EJEMPLO XXIX

Una espuma fué preparada usando
60 g. de una resina preparada de acuerdo con el
ejemplo XIII I
20 g. de una resina de furano, preparada según el
ejemplo XII
20 g. de furfuril alcohol
1 g. de surfactante de silicona
20 g. de un sulfonato de lignina
8 g. de dimetoximetano, y
como un catalizador, una mezcla de
12,8 g. de ácido o-fosfórico
3,2 g. de metanol
La espuma tuvo una densidad de $16,00 \text{ kg/m}^3$
Las propiedades mecánicas fueron
Módulo 430 KN/m^2
10% de resistencia compresiva $17,0 \text{ KN/m}^2$
20% de resistencia compresiva $18,1 \text{ KN/m}^2$



2006

1

30% de resistencia compresiva 19,5 KN/m²
El índice de oxígeno crítico fué de 48,4.

EJEMPLO XXX

5

Se prepararon espumas usando las formulaciones dadas en la tabla K. Los componentes A y B, fueron mezclados y se dejó subir la espuma.

10

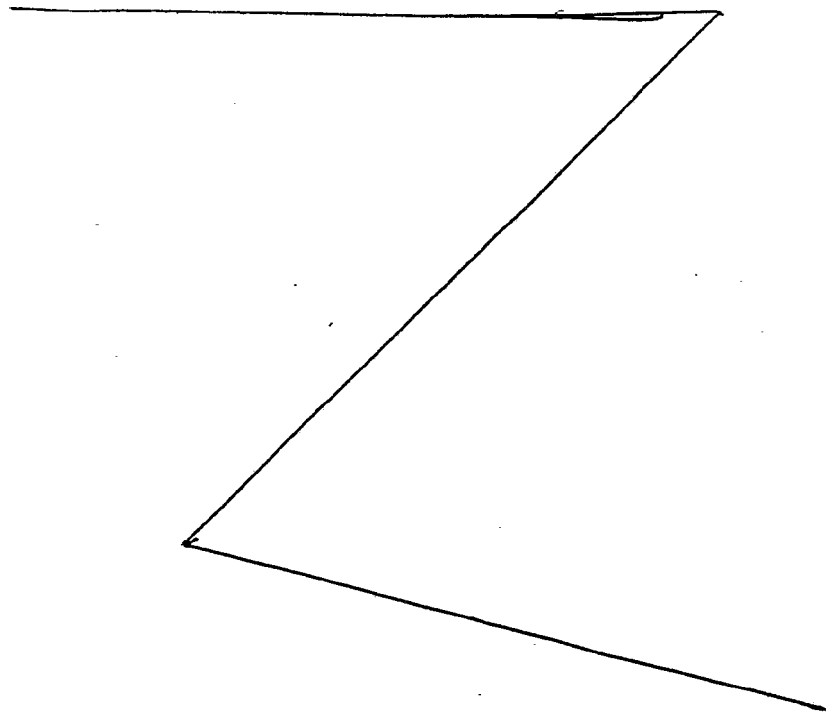
De los resultados puede verse que la densidad depende del tipo de rellenedor y que la densidad se aumenta por niveles incrementados de sulfonato de lignina. Un alto nivel de sulfonato de lignina también incrementará el índice de oxígeno crítico.

15

20

25

30



418061

21



- 40.-

1
5
10
15
20
25
30

T a b l a K

| Número de formulación | i | j | k | e | l |
|-------------------------------------|-------------|-------------------|--------------------|-------------|-------------|
| | talco | MgSO ₄ | Lignin - sulfonato | | |
| N i v e l g. | 20 | 20 | 5 | 20 | 40 |
| Densidad Kg/m ⁻³ | 9.9 | 11.0 | 9.2 | 13.0 | 19.4 |
| Proporciones compresivas. | 65 | 293 | 220 | 200 | 740 |
| Módulo KNm ⁻² | 4.5 | 10.0 | 10.5 | 11.8 | 23.5 |
| 10% sollicitación KNm ⁻² | 5.9 | 10.3 | 10.7 | 11.6 | 23.4 |
| 20% sollicitación KNm ⁻² | 6.8 | 10.8 | 10.9 | 11.9 | 23.5 |
| 30% sollicitación KNm ⁻² | | | | | |
| Oxígeno crítico | 40.0 | 40.5 | 38.7 | 39.7 | 41.9 |
| I n d i c e | deflagra-do | deflagra-do | deflagra-do | deflagra-do | deflagra-do |

B

418061

2



INSTITUTO TECNOLÓGICO Y DE ESTUDIOS SUPERIORES DE OCCIDENTE

- 41.-

1

Formulación

Componente A

20 g. de furfuril alcohol, 20 g. de prepolímeros,
60 g. de prepolímero de urea/formaldehido furfuril alcohol,
1 g. de silicona y rellenedor (véase tabla)

5

8. g. de dimetoximetano.

Componente B

8 g. de propan-2-ol, 5,3 g. de ácido o-fosfórico,
2,7 g. de ácido sulfúrico.

10

EJEMPLO XXXI

Se prepararon espumas usando las formulaciones dadas en la tabla I.

15

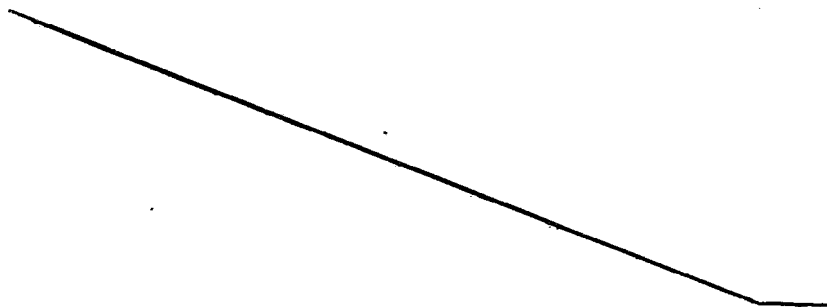
La resina UF fué preparada de acuerdo con el ejemplo XIII, excepto que el furfuril alcohol fué remplazado por etileno glicol. La resina de furano fué un prepolímero de resina comercial, Durez 16.470 de Hooker Chemicals. Otro prepolímero útil es Varcum 29-577 de Reichhold.

20

Todas las espumas tuvieron una estructura celular muy fina y mostraron una buena resistencia a la fatiga vibracional. No se observó en las espumas ninguna segunda exotermia.

25

30



30 25 20 15 10 5 1

T a b l a I

| Número de espuma | a | b | c | d | e |
|--|-----|-----|-----|-----|-----|
| Resina de furano | 25 | 25 | 25 | 25 | 25 |
| Resina UF | 20 | 15 | 10 | 5 | 1 |
| Furfuril alcohol | 25 | 25 | 25 | 25 | 25 |
| Para formaldehido | 4 | 4 | 8 | 8 | 8 |
| Surfactante de silicona | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 |
| Freon 113 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 |
| T a l c o | 2.5 | 2.5 | 2.5 | 2.5 | 2.5 |
| Acido fosfórico | 8 | 8 | 8 | 8 | 8 |
| Acido sulfúrico | 4 | 4 | 4 | 4 | 4 |
| Propan-2-ol | 12 | 12 | 12 | 12 | 12 |
| Tiempo de crema, seg. | 55 | 60 | 56 | 58 | 55 |
| Tiempo de subida, seg. | 15 | 15 | 12 | 6 | 4 |
| Densidad | 9.4 | 6.6 | 6.9 | 6.9 | 6.5 |
| Temperatura máxima durante el ensayo de 2 ^o . exotermia a 200 grados °C | 200 | 200 | 200 | 200 | 200 |

718061

21



418061

21



- 43.-

1

EJEMPLO XXXII

Se preparó una espuma mezclando

50 g. de una resina preparada según el ejemplo XIII

5

35 g. de una resina de furano preparada según el
ejemplo XII

15 g. de furfuril alcohol

1 g. de surfactante de silicona

10 g. de fenol

10

30 g. de sulfonato de lignina de amonio

6 g. de freon 113

A esta mezcla se añadió como catalizador

8 g. de ácido o-fosfórico

4 g. de ácido sulfúrico

15

9 g. de 1,4 butanodiol

con vigorosa agitación. El tiempo de crema fué
de 49 segundos, el tiempo de subida, 41 segundos. Densidad
 22 kg/m^3 . Resistencia compresiva al 10% fué de $0,34 \text{ kg/cm}^2$.

20

La espuma fué puesta a 250°C durante alrededor de
1 hora. La espuma se hizo más frágil y la resistencia com-
presiva fué de $0,36 \text{ kg/cm}^2$.

EJEMPLO XXXIII

Se prepararon espumas usando las formulaciones da-
das en la tabla M.

25

La resina de furano usada en las espumas número
a, g, h e i, fué preparada de acuerdo con el ejemplo XII.
La resina usada en las espumas número b, c, d, e y f, fué
una resina de furano comercial (Durez 16.470 de Hooker Che-
micals). La resina de urea-formaldehido-furfuril alcohol

30

41800

21 AGO 1933



1

(resina UFF) fué preparada de acuerdo con el ejemplo XIII.

De los resultados del ensayo para segunda exotermia, se observa que

5

1) Las espumas sin resina UFF tienen una segunda exotermia cuando el contenido de resina de furano es de alrededor de 50%. La exotermia puede ser suprimida por adición de suficiente paraformaldehido. Sin embargo, los niveles incrementados de paraformaldehido, reducen las densidades de espuma (espumas número a, b, y c).

10

2) Cuando se usan mayores cantidades de resina de furano, se incrementan las densidades, pero la segunda exotermia no puede ser suprimida por altos niveles de paraformaldehido (espumas números d, e y f).

15

Cuando se incluyen bajas cantidades de resina UFF en las formulaciones de espuma, la segunda exotermia se suprime por bajas cantidades de paraformaldehido (espumas números g y h), dando una densidad aceptable. Cuando se emplean cantidades incrementadas de resina UFF es posible hacer espumas sin segunda exotermia, teniendo una densidad suficientemente alta y propiedades mecánicas para manipulación en trabajo de aislamiento.

20

25

30

30 25 20 15 10 5 1

T a b l a M

| Espuma No. | a | b | c | d | e | f | g | h | i |
|--|------|-----|-----|------|------|-----|------|------|------|
| Resina-UFF 1:3:3 | 50 | 50 | 50 | 70 | 90 | 90 | 5 | 5 | 25 |
| Resina de furano | 50 | 50 | 50 | 30 | 10 | 10 | 47,5 | 47,5 | 60 |
| Furfuril alcohol | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 47,5 | 47,5 | 15 |
| Surfactante de silicona | 2 | 4 | 12 | 12 | 4 | 12 | 2 | 2 | 2 |
| Paraformaldehido | 2 | | | | | | 1 | 3 | - |
| Sulfonato de lignina | 37,5 | | | | | | 37,5 | 37,5 | 37,5 |
| Negro de carbono | - | - | - | - | 10 | - | - | - | - |
| Talco | - | 5 | 5 | 20 | 10 | 10 | - | - | - |
| Freon 113 | 12 | - | - | 12 | 12 | 12 | 12 | 12 | 12 |
| H ₃ PO ₄ -H ₂ SO ₄ | | | | | | | | | |
| 1,4 butanodiol | 48 | - | - | - | - | - | 40 | 40 | 25 |
| 4:2:4,5 | | | | | | | | | |
| H ₃ PO ₄ -H ₂ SO ₄ | | | | | | | | | |
| Isopropanol | - | 48 | 48 | 48 | 32 | 32 | - | - | - |
| 2:1:3 | 48 | 36 | 31 | 43 | 49 | 48 | 48 | 45 | 48 |
| Tiempo de crema seg. | 20 | 3 | 3 | 5 | 17 | 12 | 20 | 19 | 19 |
| Tiempo de subida seg. | 15,1 | 8,8 | 6,0 | 13,3 | 22,5 | 20 | 14,6 | 11,6 | 20,0 |
| Densidad Kg/m ³ | 540 | 580 | 200 | 220 | 625 | 640 | 540 | 200 | 200 |
| Temperatura máxima de 2ª exotermia °C | | | | | | | | | |

418061

2



- 45 -

418061

21 AGO 1973

- 46. -

EJEMPLO XXXIV

Fue preparada una resina de acuerdo con el ejemplo XIV, excepto que el propileno glicol fue remplazado por etileno glicol.

Una espuma fue preparada mezclando,

25 g. de dicha resina

25 g. de furfuril alcohol

1 g. de surfactante de silicona

4 g. de para-formaldehido

2,5 g. de talco

6 g. de Freon 113

A esta mezcla se añadieron agitando

8 g. de ácido o-fosfórico (87%)

4 g. de ácido sulfúrico

12 g. de propan-2-ol

El tiempo de crema fue de 56 segundos, el tiempo de subida de 8 segundos. La espuma fue tenaz y tuvo una estructura celular fina. La densidad fue de $16,2 \text{ kg/m}^3$. La espuma no tuvo ninguna segunda exotermia.

Se preparó otra espuma usando la misma formulación, excepto que

25 g. de furfuril alcohol se remplazaron por

12,5 g. de furfuril alcohol, y

12,5 g. de precopolímero comercial de furfuril alcohol, y

12% de formaldehido.

El tiempo de crema fue de 56 segundos, el tiempo de subida de 4 segundos. La densidad fue de 26 kg/m^3 . La espuma tuvo tamaño de celdas muy fino y fue tenaz. No se observó ninguna segunda exotermia.

418061

21



- 47.-

1

EJEMPLO XXXV

Se prepararon espumas usando la formulación dada en la tabla N de más abajo. Las densidades de espuma fueron medidas y los resultados inscritos en un diagrama triangular, fig. 6. Las coordenadas fueron furfuril alcohol, resina de furano, y resina de urea-formaldehido-furfuril alcohol (proporción molar 1 : 3 : 3).

5

De la fig. 6, aparece que se encuentran espumas de baja densidad (20 kg/m^3) en el área de

10

- a) menos de 40 partes de resina de furano, además
- b) más de 35 partes de furfuril alcohol.

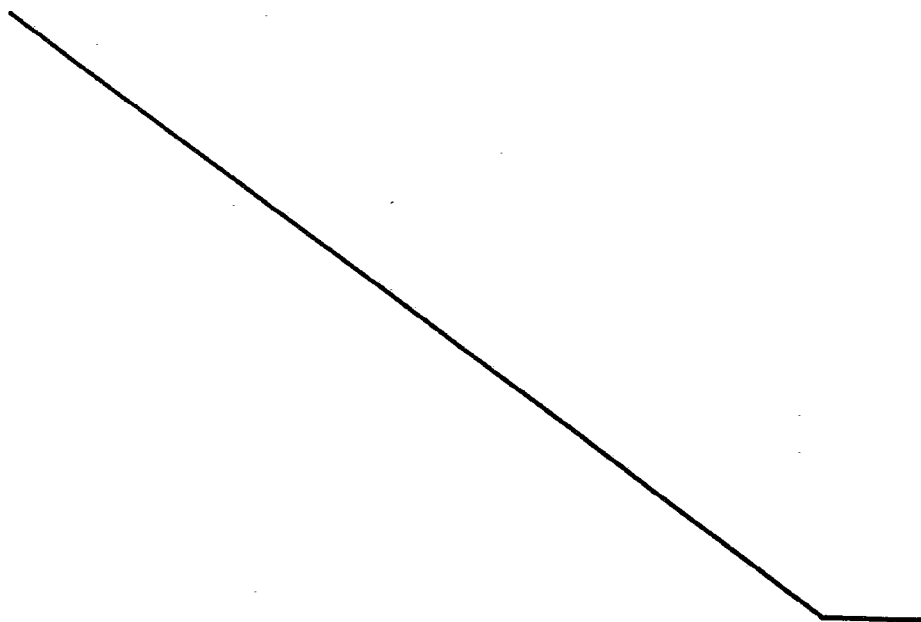
Puede trazarse una línea fronteriza representando 40 partes de resina de furano, separando espumas con densidades por debajo y por encima de 40 kg/m^3 .

15

20

25

30





1

T a b l a N

5

| Espuma Nº. | Resina UFF, partes | Resina de furano partes | Furfuril alcohol, partes | Densidad kg/m ³ |
|---------------|--------------------------|-------------------------------|--------------------------------|-------------------------------|
| 1 | 10 | 80 | 10 | 105 |
| 2 | 10 | 70 | 20 | 76 |
| 3 | 10 | 50 | 40 | 58 |
| 4 | 15 | 60 | 25 | 50 |
| 5 | 20 | 70 | 10 | 82 |
| 6 | 20 | 50 | 30 | 56 |
| 7 | 25 | 60 | 15 | 44 |
| 8 | 25 | 35 | 40 | 17 |
| 9 | 30 | 50 | 20 | 47 |
| 10 | 35 | 35 | 30 | 35 |
| 11 | 40 | 50 | 10 | 45 |
| 12 | 40 | 20 | 40 | 16 |
| 13 | 50 | 20 | 30 | 24 |
| 14 | 55 | 5 | 40 | 21 |
| 15 | 65 | 5 | 30 | 25 |
| 16 | 80 | 10 | 10 | 34 |
| 17 | 65 | 30 | 5 | 32 |

10

15

20

25

30

448061

21 MAR 1975



1

EJEMPLO XXXVI

Se prepararon dos espumas usando

| | |
|--|---------|
| resina UFF, preparada según el ejemplo XIII | 60 g. |
| resina de furano, preparada según el ejemplo XII | 40 g. |
| 5 surfactante de silicona | 1 g. |
| n - hexano | 3. g. |
| rellenador | x g. |
| H ₃ PO ₄ : H ₂ SO ₄ : 1,4 butanodiol (4 : 2 : 4,5) | 12,5 g. |

10

En ambas espumas se usó monohidrato de dextrosa como un rellenedor extensor.

En la espuma a : x es igual a 10 g. de dextrosa

En la espuma b : x es igual a 40 g. de dextrosa

15

| | | |
|------------------------|----------|----------|
| Propiedades de espuma: | Espuma a | Espuma b |
|------------------------|----------|----------|

| | | |
|----------|------------------------|------------------------|
| Densidad | 25,4 kg/m ³ | 92,1 kg/m ³ |
|----------|------------------------|------------------------|

| | | |
|----------------------------|-----------------------|-----------------------|
| 10% resistencia compresiva | 62, kN/m ² | 338 kN/m ² |
|----------------------------|-----------------------|-----------------------|

| | | |
|---|----|----|
| Indice de oxígeno crítico (astm de 2863-70) | 31 | 38 |
|---|----|----|

20

El punto terminal en el ensayo de índice de oxígeno, fué una breve inflamación de paso posiblemente debida a materias volátiles no eliminadas por el acondicionamiento antes del ensayo.

N O T A . -

25

La presente patente de invención, consta de las siguientes reivindicaciones:

1.- Procedimiento para preparar espumas de polifurano, polimerizando, alternativamente copolimerizando: A) furfurilalcohol, si se desea en combinación con B) prepolíme

30



18069

1 ros, alternativamente precopolímeros de furfurilalcohol en
presencia de un ácido fuerte, caracterizado porque se usa
como un tercer componente C) por lo menos una resina de ami-
no-formaldehído en una cantidad correspondiente a más de una
5 parte de peso del compuesto amino, mientras que la espuma
final todavía contiene más de 50 partes de peso de furfuril-
alcohol enlazado, por 100 partes de peso de $A + B + C$, selec-
cionándose el compuesto amino del grupo consistente en urea,
tio-urea y melamina, excluyendo cualesquiera combinaciones,
10 en que las partes de peso de A) por 100 partes de peso de re-
sina ($A + B + C$) más dos veces las partes de peso de C por
100 partes de peso de resina ($A + B + C$) sean menos de 20.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracte-
rizado porque se prepara una espuma teniendo una composi-
15 ción que cae dentro del área ABCDE de la fig. 1.

3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 - 2
caracterizado porque se prepara una espuma teniendo una com-
posición, que cae dentro del área WXYZ de la fig. 1.

4.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 - 3,
20 caracterizado porque se usa urea como compuesto amino.

5.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 - 4,
caracterizado porque la proporción de formaldehído respecto
al compuesto amino es de 1 : 1 hasta 6 : 1.

6.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 - 5,
25 caracterizado porque se incorpora un rellenedor o extensor
reactivo con los otros componentes A y/o B y/o C.

7.- Procedimiento según la reivindicación 6, ca-
racterizado porque se usa un rellenedor conteniendo grupos



41806121



- 51.-

1 hidroxilo y/o carbonilo.

8.- Procedimiento según las reivindicaciones.6 ó 7, caracterizado porque se usa como rellenedor un material conteniendo lignina.

5 9.- Procedimiento según las reivindicaciones 6 - 8, caracterizado porque se usa como rellenedor sulfonato de lignina.

10 10.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 - 9, caracterizado porque se usan combinaciones, que caen fuera del alcance, en que las partes de peso de furfurilalcohol, más 1,5 veces las partes de peso de resina de urea-formaldehido, es menor que alrededor de 30, calculado sobre 100 partes de peso A) + B) + C).

15 11.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 - 10, caracterizado porque se usa una resina de urea-formaldehido furfurilalcohol como la resina de aminoformaldehido.

12.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 - 10, caracterizado porque se usa una resina de urea-formaldehido etileno glicol como resina de aminoformaldehido.

20 13.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 - 10, caracterizado porque se usa una resina de urea-formaldehido propileno glicol, como resina de aminoformaldehido.

25 14.- Procedimiento según la reivindicación 11, caracterizado por usar una resina de urea-formaldehido furfurilalcohol teniendo una proporción de urea : formaldehido desde 1 : 1 hasta 1 : 10 y una proporción de urea : furfurilalcohol de por lo menos 1 : 1.

16.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 -

30





1 14, caracterizado porque se usan por lo menos 10 partes de peso de la resina de urea-formaldehido por 100 partes de peso de A + B + C.

5 16.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 - 15, caracterizado porque se prepara una espuma conteniendo por lo menos 70 partes de peso de furfurilalcohol enlazado, por 100 partes de peso de A + B + C.

10 17.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 - 16, caracterizado porque se prepara una espuma, que tiene una composición, que cae dentro de la fig. 2, excluyendo cualesquiera composiciones dentro del área FGHI de dicha figura.

15 18.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 - 16, caracterizado porque se prepara una espuma teniendo una composición, que cae dentro de la fig. 2 excluyendo cualesquiera composiciones dentro del área JKLM de dicha figura.

19.- "Procedimiento para preparar espumas de polifurano".

20 Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva y se ilustra en los planos anexos, constando la memoria de cincuenta y dos hojas foliadas, escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 21 AGO 1973 CARLOS ROEB
P. P.

25


Edo. Francisco del Pozo

30





FIG. 1.

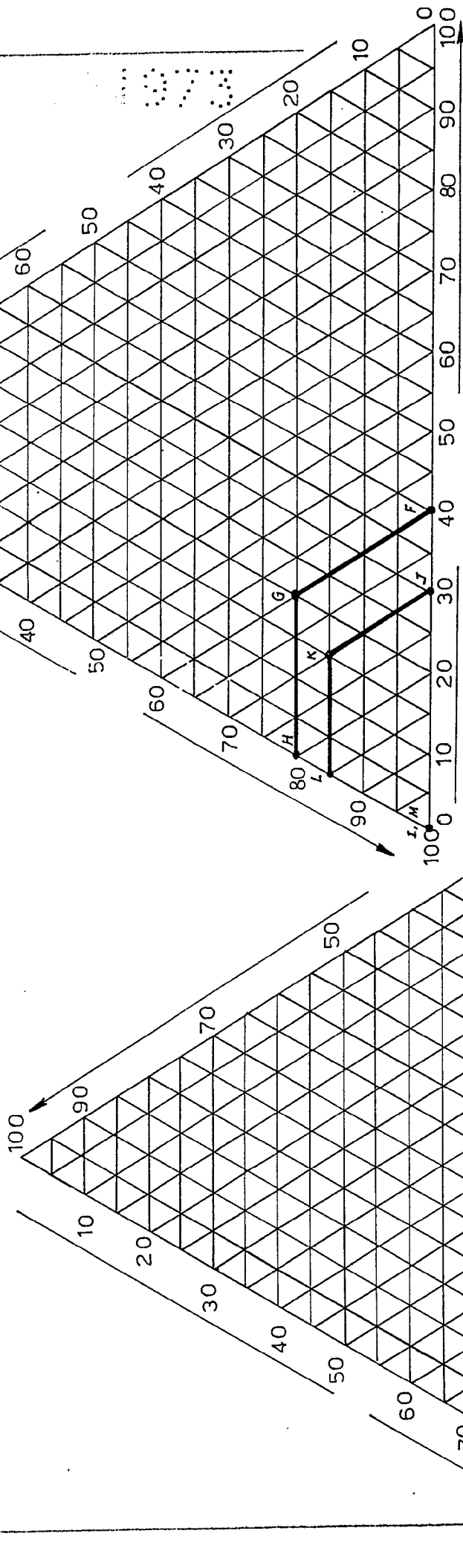
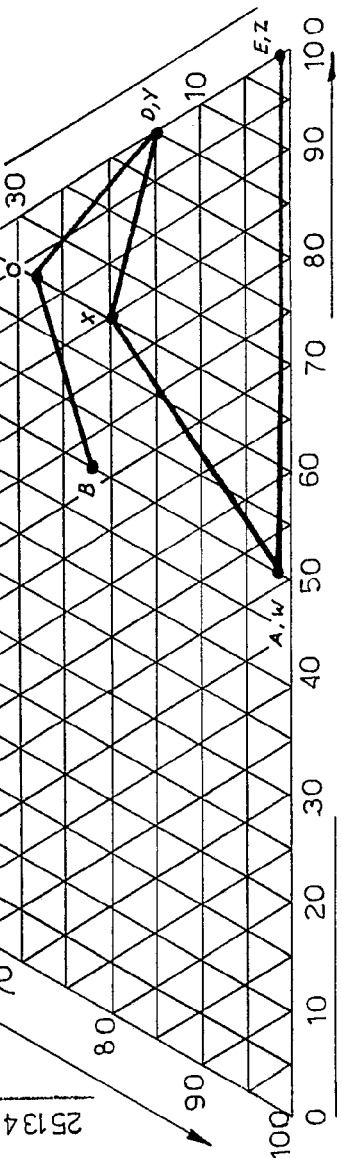
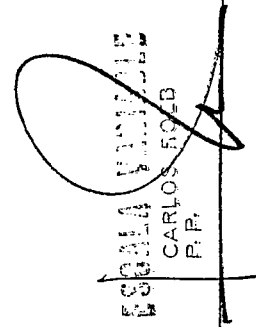


FIG. 2.

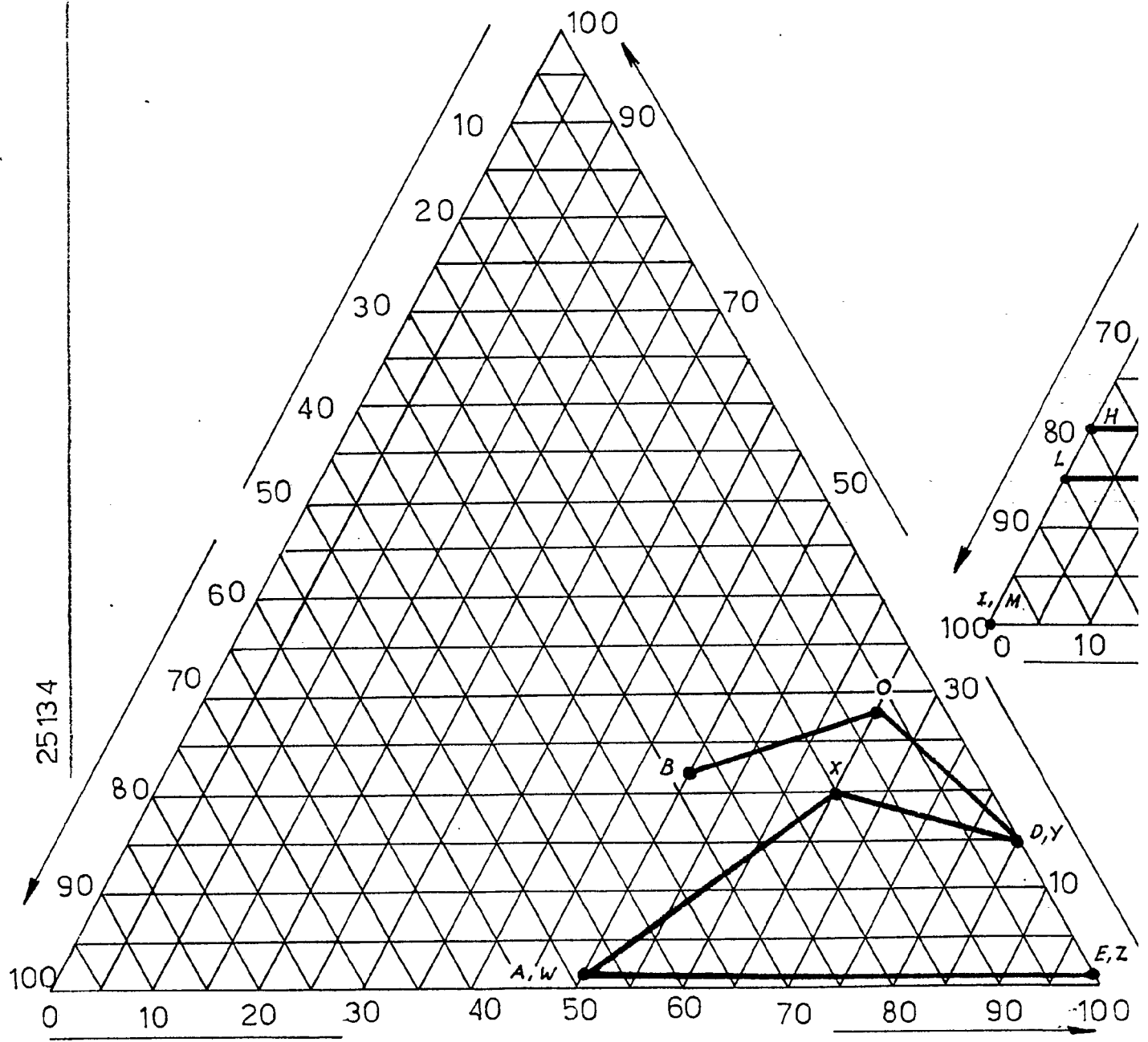


ESCOLA NACIONAL
CARLOS ROEB
P.R.



25134

FIG. 1.



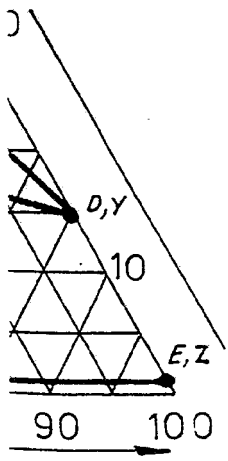
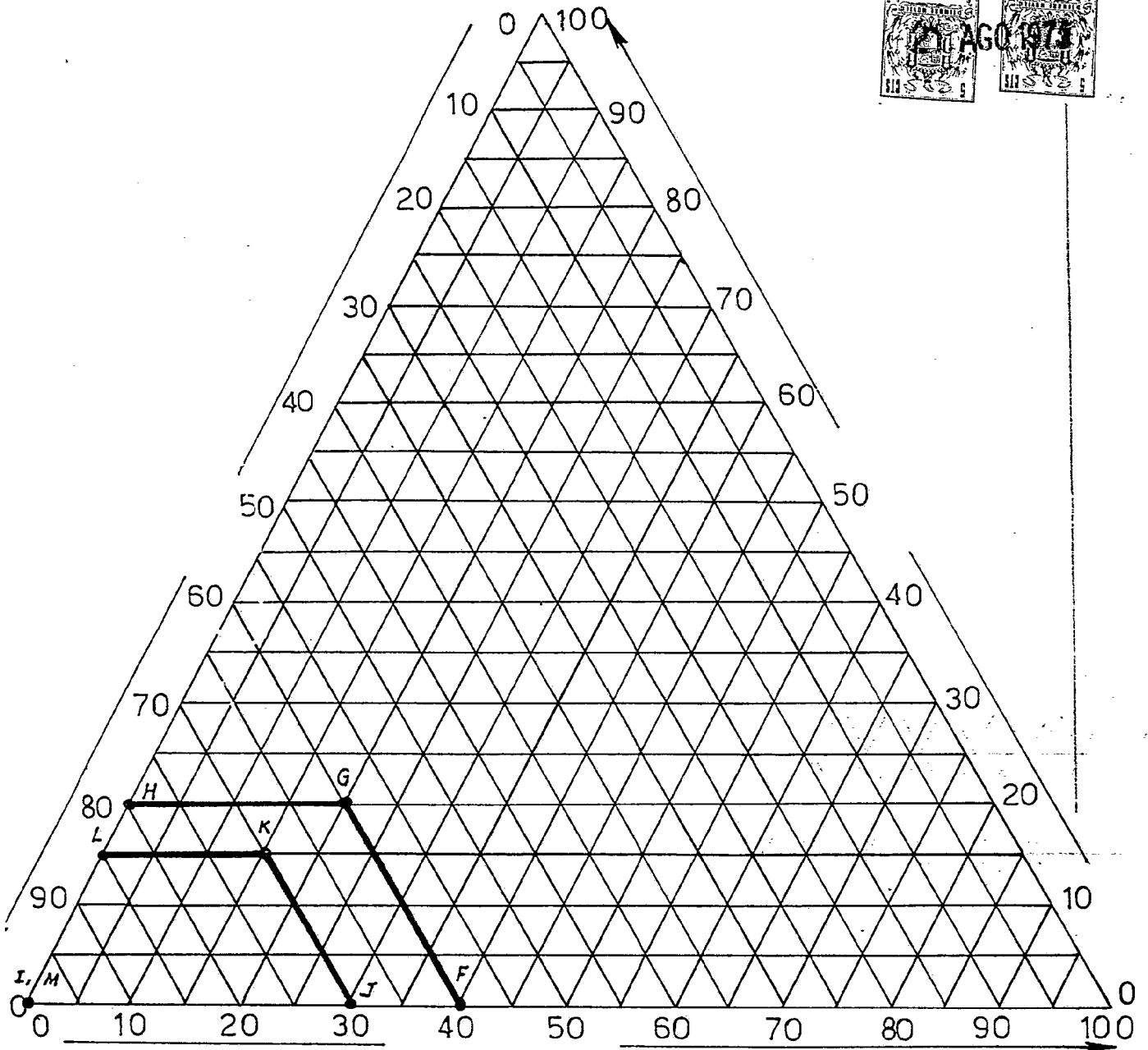
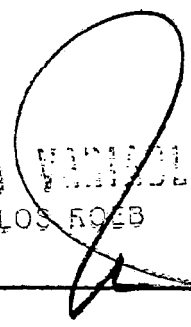


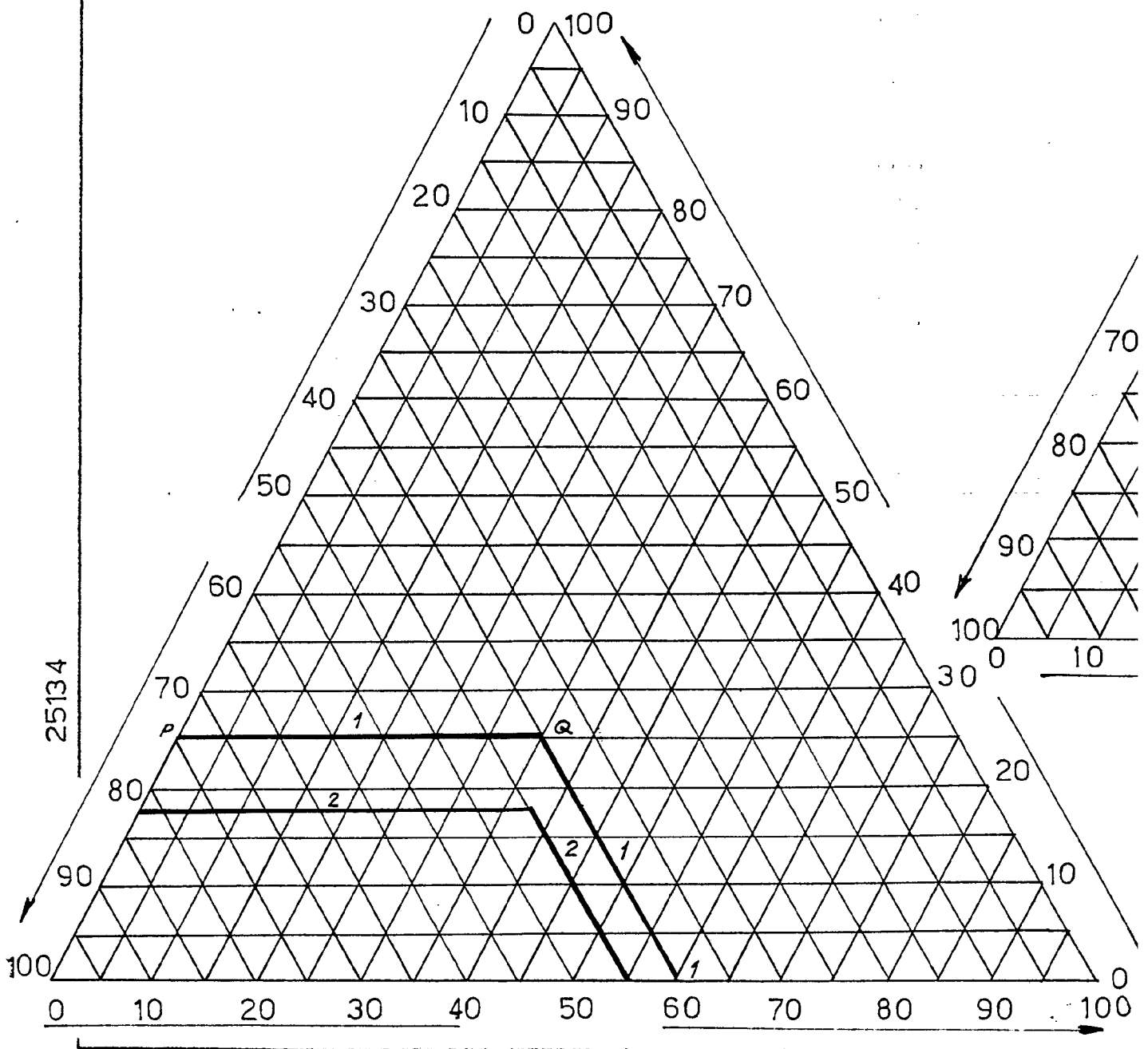
FIG. 2.

ESCALA VARIABLE
CARLOS ROEB
P. P.



8061

FIG. 3.



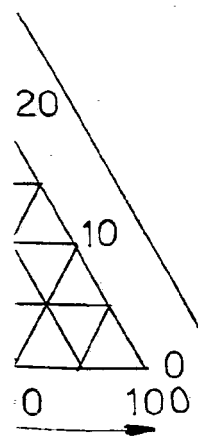
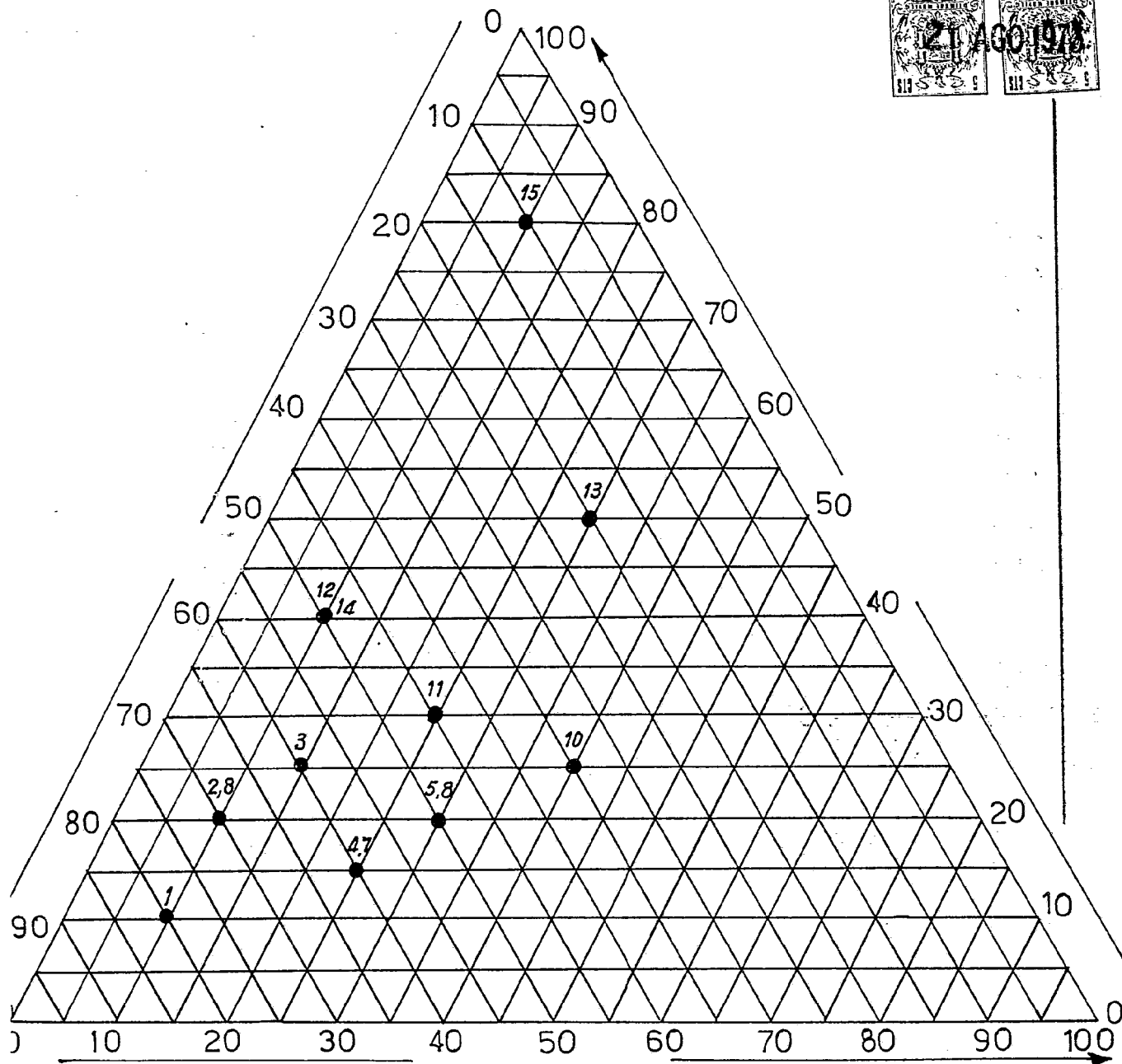


FIG. 4.

ESTALA VARIABLE
CARLOS ROEB
P. P.

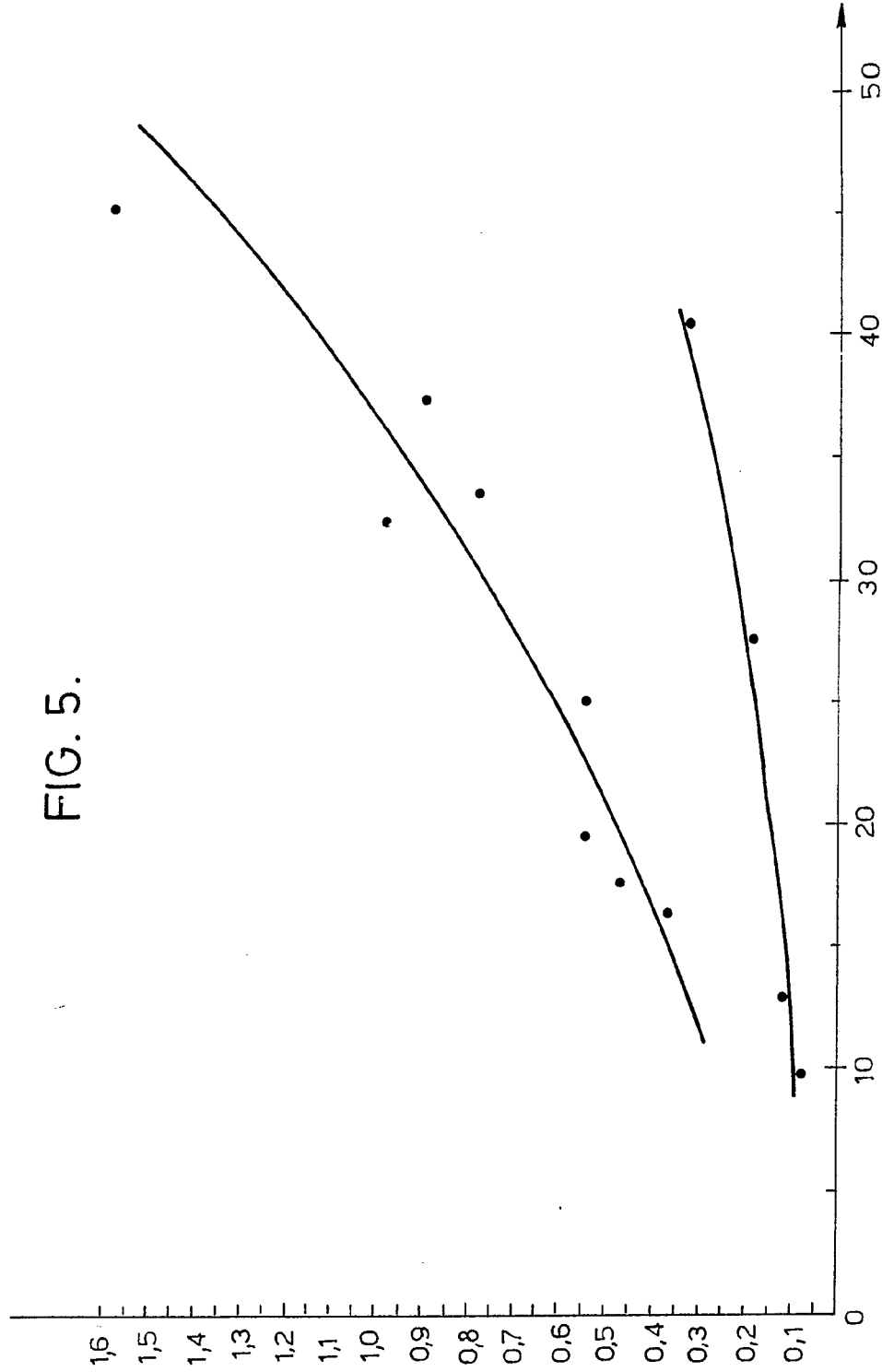
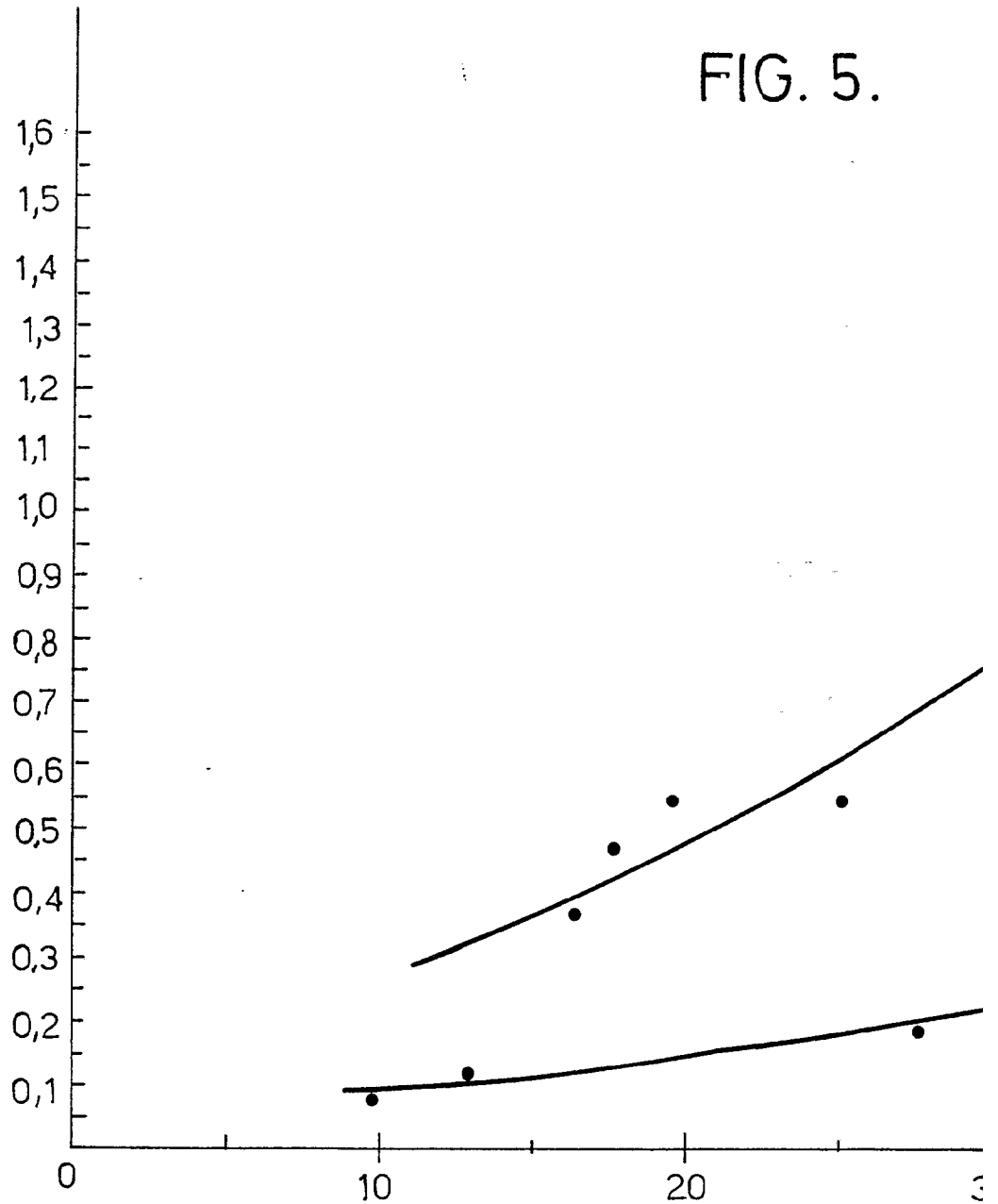


FIG. 5.

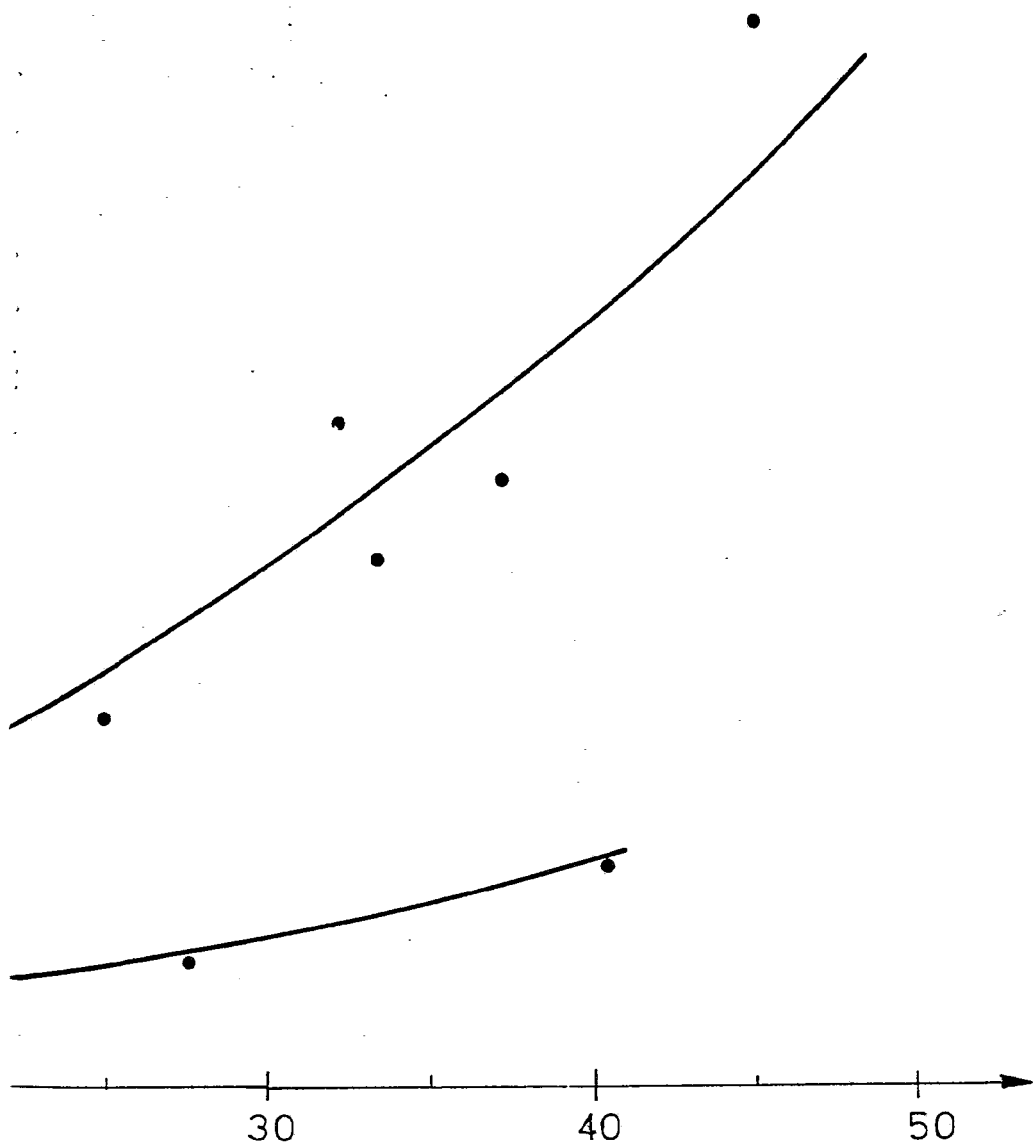
BOULEVARD
CARLOS LÓPEZ
P.R.

FIG. 5.





3.5.



ESCALA: 1 cm = 10 unidades
CARLOS ROEB
P. F.

118061

118061

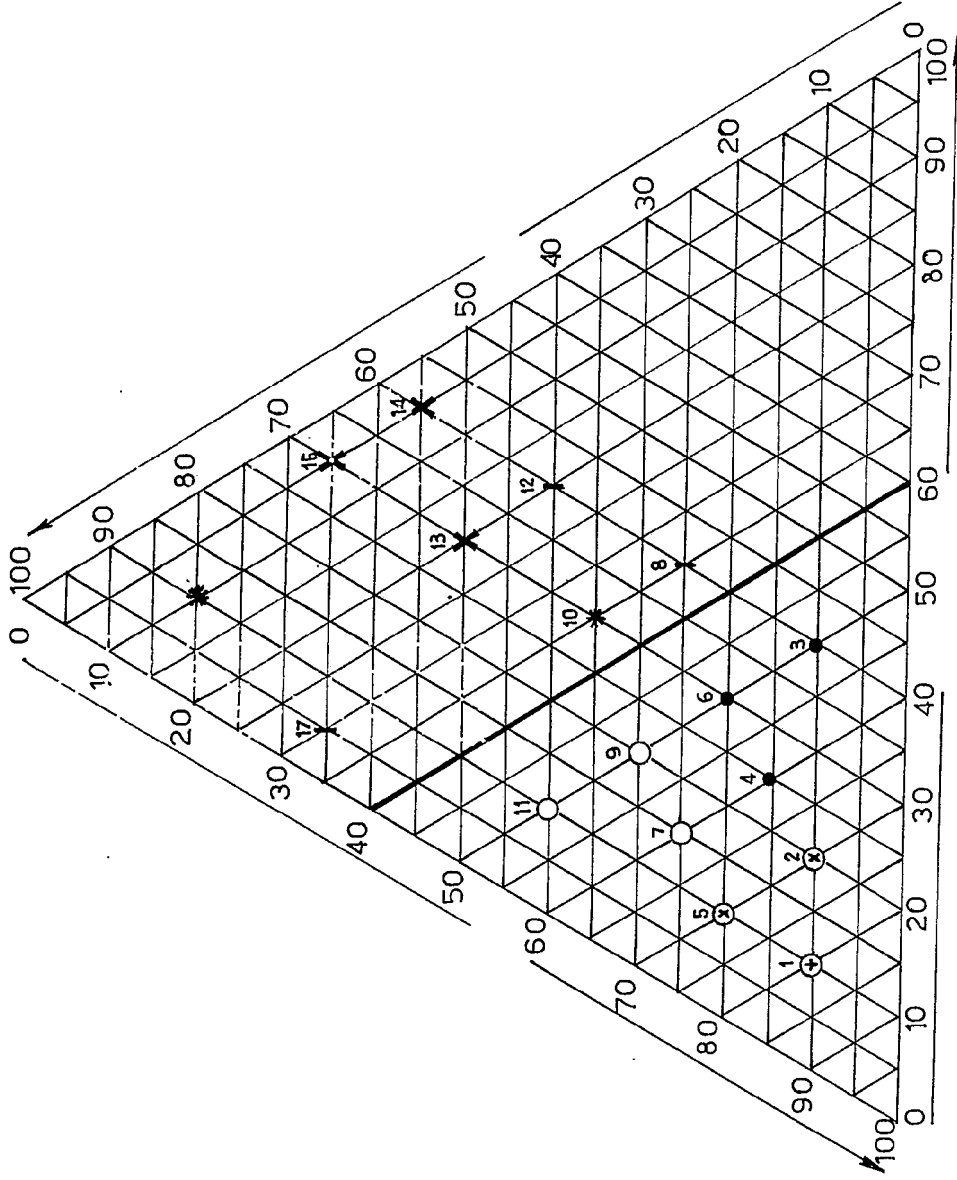


FIG. 6.

[Handwritten signature]

3061

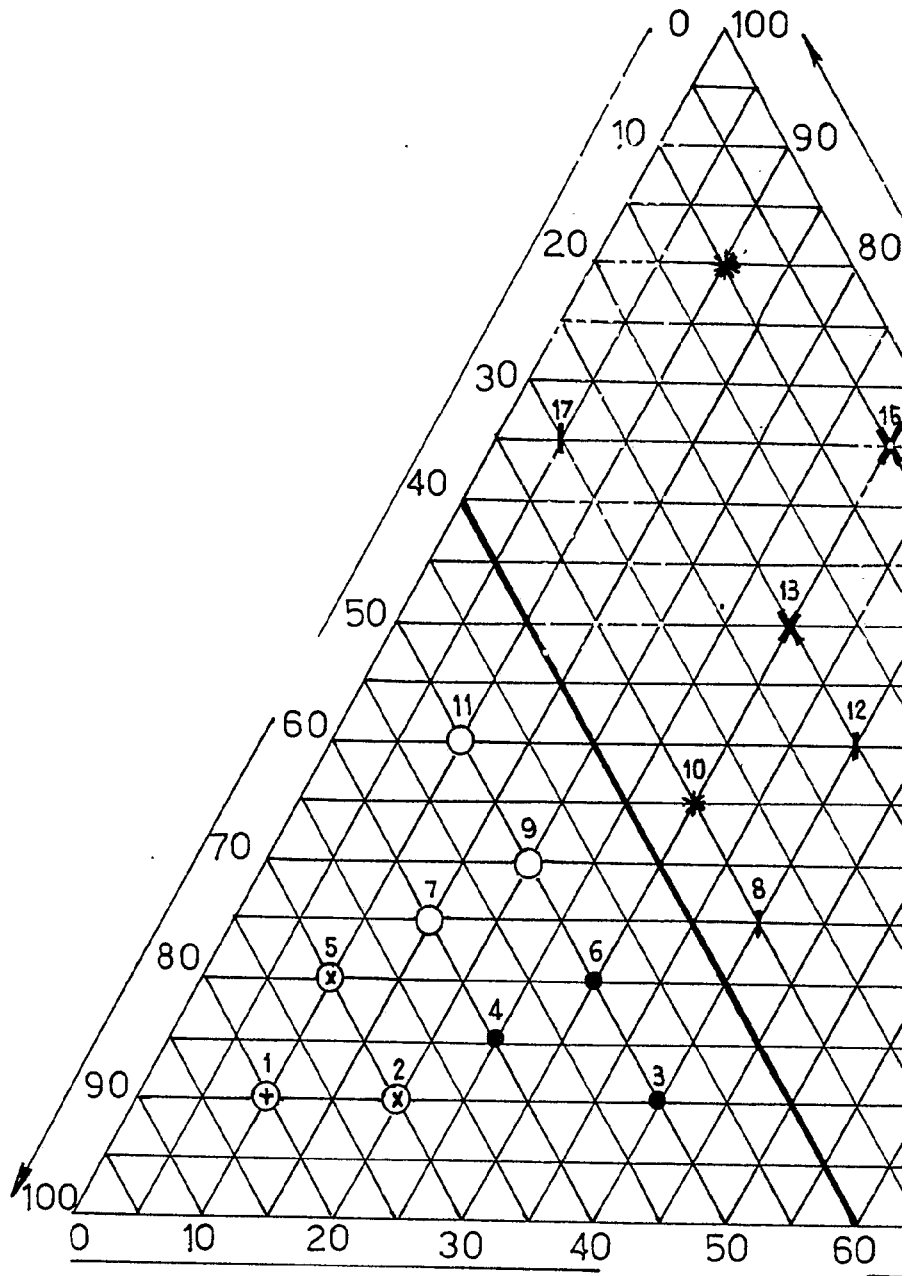


FIG. 6.

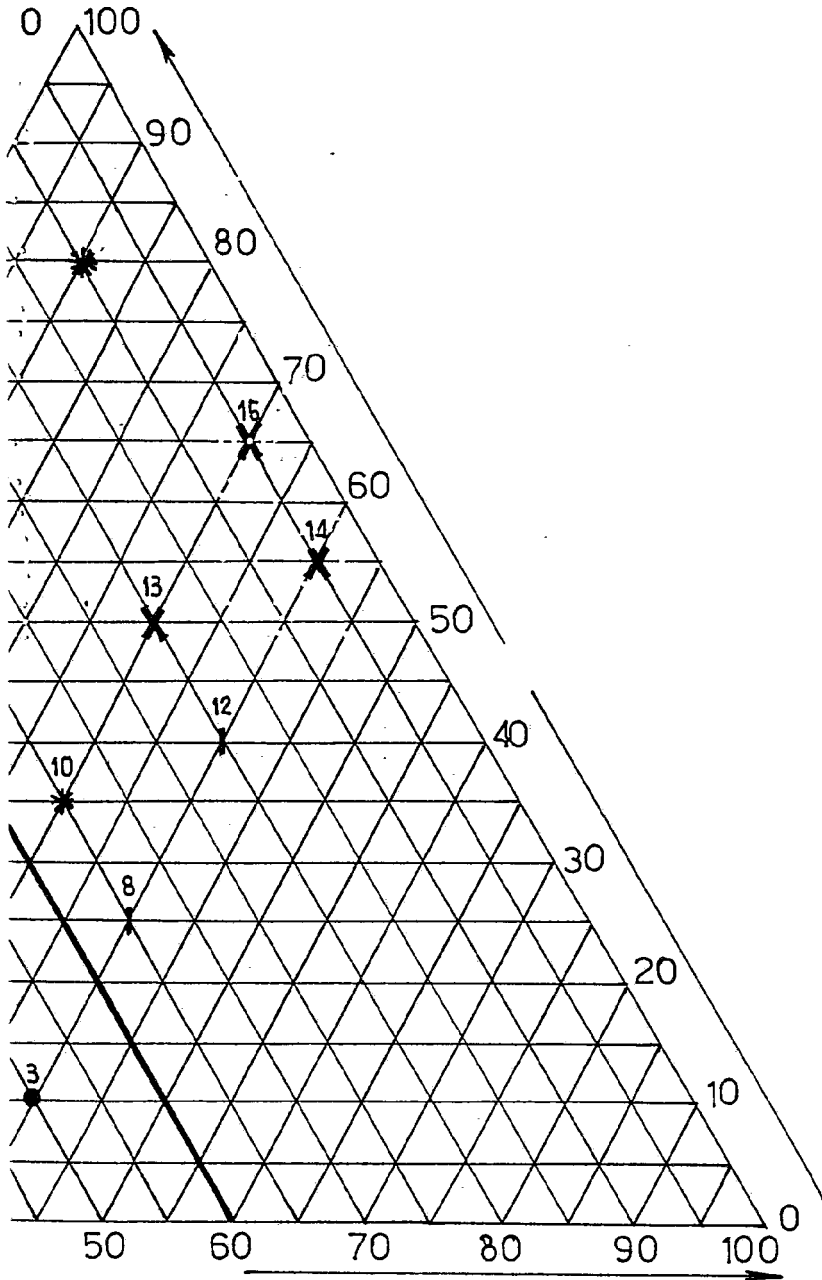


FIG. 6.

ESCOLA NACIONAL
CARLOS ROED
P. P.