

REF: UK 47943/73  
Summers & Hadley

COMPLETADA

15 SET. 1976

Int. Cl. C08G 22/04, C08G 53/10

No 431.044

## MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de una

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: H.H. ROBERTSON COMPANY

RESIDENCIA: Two Gateway Center, PITTSBURGH,

Pennsylvania 15222, Estados Unidos

ENUNCIADO: UN PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE  
UNA ESPUMA DE ESTRUCTURA RIGIDA.

Prioridad: Patente británica n.º 47943/73 del 15-10-73  
estadounidense 503.288 5-9-1.974

OF.

EXTRACTO DE LA INVENCION

Los productos de espuma de poliuretano que tienen propiedades relativamente no-combustibles, velocidades bajas de propagación de la llama y poca tendencia a generar humo cuando arden, pueden producirse combinando un silicato acuoso de metal alcalino con los componentes formadores de la espuma que, generalmente, incluye un polialcohol y un poliisocianato en compañía de un catalizador apropiado, un agente tensoactivo y un agente insuflador inerte. El contenido de silicato acuoso de metal alcalino entre los ingredientes que forman la espuma, constituye desde aproximadamente un 10 a un 60 % en peso. Se prefiere como ingrediente de silicato, un silicato acuoso de sodio con una proporción en peso de  $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$  de 2,40 a 3,25.

REFERENCIAS CON SIMILITUDES RELACIONADAS (SI LAS HUBIERA).- Ninguna.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION.

1.- Campo de la invención: Esta invención se refiere a sistemas de espuma de poliuretano enriquecidas con un silicato de metal alcalino.

2.- Descripción de la técnica anterior: La tecnología de espuma de poliuretano es una técnica muy desarrollada. Las sales de espuma de poliuretano excedieron 1 billón de libras en 1.970 en Estados Unidos. En general la espuma de poliuretano se produce por combinación de los siguientes ingredientes:

1. Un poliisocianato
2. Un poliol
3. Un agente insuflador, normalmente un hidrocarburo halogenado

1 4. Un catalizador apropiado para la reacción de los grupos -OH y  $-N = C = O$ .

5. Un agente tensoactivo para controlar el tamaño y distribución de celda.

5 Normalmente se suministra una cantidad suficiente de poliisocianato para que se combine con los grupos -OH del polioliol. La espuma de poliuretano tiene densidades entre, aproximadamente, 2 libras por pié cúbico hasta unas 40 libras por pié cúbico (32,04 gr/litro hasta 640,89 gr/litro).

10 El material tiene excelentes propiedades de aislamiento térmico. La espuma de poliuretano es utilizable en ambas formas, rígida y flexible.

Además de los materiales anteriores se pueden emplear otros editivos como:

- 15
- 1.- Rellenos de partículas
  - 2.- Rellenos fibrosos
  - 3.- Pigmentos y colorantes
  - 4.- Aditivos retardadores del fuego que pueden ser co-reactivos y que pueden constituir una parte del ingrediente polioliol.
  - 20 5.- Agua

25 Las espumas de poliuretano se pueden emplear como elementos de flotación para botes acuáticos, como aislamiento térmico para barreras de transferencia de calor, como elementos espaciadores, como material de relleno y capsulador para el cierre de huecos (cavidades), como recubridor de suelos y techos, como material de embalaje, y en otros usos.

30 La patente de Estados Unidos 3.607.794 (publicada el 21 de septiembre de 1.971), se refiere a la producción

1 de espumas de silicato por reacción de un silicato de metal alcalino, con un poliisocianato en ausencia de una resina preformada.

5 La patente de Estados Unidos 3.634.342 (publicada el 11 de enero de 1.972) se refiere a la adición de pequeñas cantidades de silicato de metal alcalino a espuma de poliuretano para permitir que la espuma deposite cuando se desea. La cantidad de silicato de metal alcalino para este propósito es de 0,5 a un 5,0 %. La referencia indica que  
10 la acción es demasiado rápida para controlar cuando la cantidad de silicato sódico excede el 5 %.

#### RESUMEN DE LA INVENCION

15 La presente invención se refiere a sistemas de espuma de poliuretano para producir espumas de poliuretano rígidas que contengan cantidades apreciables de silicato acuoso de metal alcalino insoluble. De acuerdo con la invención, el sistema de poliuretano incluye como ingredientes esenciales:

- 20 A. Poliisocianato  
B. Polioliol  
C. Un agente insuflador  
D. Un catalizador para la reacción de los grupos  
-OH y -N = C = O  
25 E. Un agente tensoactivo  
F. Un silicato acuoso de metal alcalino

Todos los ingredientes desde A hasta E, se encuentran en los sistemas convencionales de espuma de poliuretano. El silicato acuoso de metal alcalino que se suministra  
30 en el presente sistema, sirve para enriquecer los ingredien

1 tes de espuma de poliuretano y conseguir propiedades útiles  
en la espuma de poliuretano resultante enriquecida con si-  
licato. El silicato acuoso de metal alcalino constituye de  
5 10 a 50 partes en peso del total del sistema de espuma de  
poliuretano, de acuerdo con la presente invención. La espu-  
ma de poliuretano resultante, enriquecida con un silicato,  
tiene un contenido de aproximadamente 7 a 50 % en peso del  
silicato de metal alcalino. Se suministra poliisocianato en  
10 cantidad suficiente para proveer de equivalentes de  $-N = C$   
 $= O$ , para que combinen con todos los grupos  $-OH$  del poliol,  
y alguna porción de agua no combinada, la cual es suminis-  
trada con la solución de silicato acuoso de metal alcalino.  
Es decir, se suministra un exceso por encima de lo requeri-  
do de grupos  $-N = C = O$  para combinar con los grupos  $-OH$   
15 del poliol ingrediente.

Se puede aplicar la espuma por pulverización o verti-  
do. La espuma puede producirse en un sistema de libre-desar-  
rollo (libre crecimiento) o en un sistema de molde confina-  
do. En general las espumas resultantes desarrollan densida-  
des desde unas 2,0 a 40,0 libras por pié cúbico (32,04 gr/  
20 litro hasta 640,89 gr./litro)

Las espumas resultantes, dan también lugar a un com-  
plejo salino  $Na_2CO_3 - NaHCO_3 - 2H_2O$  dispersado uniformemente  
a través de la masa de espuma como resultado de la reacción  
25 de dióxido de carbono naciente con iones sodio.

#### BREVE DESCRIPCIÓN DE LA FIGURA

La figura 1 es un diagrama ternario de los tres com-  
ponentes del sistema  $Na_2O$ ,  $SiO_2$  y  $H_2O$ .

#### DESCRIPCIÓN DE LA REALIZACIÓN PREFERIDA

1  
5  
10  
15  
20  
25  
30

1 La presente invención comprende el uso de sustan-  
ciales cantidades de silicato acuoso de metal alcalino, co-  
mo ingredientes de espumas de poliuretano producidas por  
reacción de poliisocianatos y poliols.

5 El silicato

El silicato acuoso de metal alcalino preferido es el  
silicato acuoso sódico que existe en forma de mezclas de  
SiO<sub>2</sub> y Na<sub>2</sub>O. La razón de SiO<sub>2</sub>/Na<sub>2</sub>O para el presente propó-  
sito es, preferentemente, de 2,40 a 3,25. Otros silicatos  
10 apropiados de metal alcalino son silicato potásico y sili-  
cato de litio.

Con referencia a la figura 1, se presenta un diagra-  
ma ternario para el sistema Na<sub>2</sub>O - SiO<sub>2</sub> - H<sub>2</sub>O reproducido  
de Industrial and Engineering Chemistry, volumen 61, abril  
15 de 1.969, página 32. Varias áreas de la figura han sido nu-  
meradas para indicar composiciones de silicato sódico co-  
merciales y no comerciales.

Area 1, indica mezclas altamente alcalinas incluyen-  
do ortosilicato;

20 Area 2, indica cristales alcalinos, principalmente  
metasilicato sódico y sus hidratos;

Area 3, define composiciones de las que se producen  
vidrios comerciales;

25 Area 4, indica polvos amorfos hidratados (secados  
por pulverización);

Area 5, son soluciones comerciales de silicato só-  
dico acuoso.

Area 6, indica mezclas parcialmente cristalizadas;

30 Area 7, indica vidrios hidratados no económicos,

Area 8, indica masas semi-sólidas;

Area 9, indica líquidos muy viscosos;

Area 10, indica líquidos diluidos;

Area 11, indica líquidos inestables y geles;

En general, los silicatos acuosos de sodio que son útiles en la práctica para la presente invención, son aquellos comprendidos dentro del área 5 del diagrama ternario de la figura 1. Las composiciones de silicato acuoso sódico comprendidas en el área 9 del diagrama ternario de la figura 1 pueden emplearse si se reduce su viscosidad al mezclarlos con algunos otros ingredientes formadores de la espuma o por dilución con agua o con glicoles miscibles.

#### El Polioli

El polioli empleado en la presente formulación puede ser un hidroxí-éster, un glicol, un alcohol polihídrico, un poliéster hidroxí-acabado, un poliéter o un poliéster-poliéter. Entre los poliésteres útiles se incluyen productos de la reacción de condensación de ácidos policarboxílicos con polioles. Entre los poliéteres útiles se incluyen aductos de óxido de polialquileno tal como aductos de óxido de polietileno o aductos de óxido propileno, de materiales base que contengan, por lo menos, 2 átomos de hidrógeno activo determinados según el método de Zerewitinoff. Aductos de glicoles, trioles, tetroles, polioles más altos, aminas, amidas son útiles y bien conocidos en la técnica como típicos polioles en poliuretano. Otros poliésteres-poliéteres pueden prepararse por eterificación de poliésteres o por esterificación de poliéteres. El polioli se mantiene esencialmente anhidro para minimizar la indeseada reacción de los grupos  $-N=C=O$  del poliacianato durante la formación de la espuma.

1                   Se pueden emplear hidroxileminas e hidroxilpoliaminas como sustituto de una porción (superior al 10 % en peso) del ingrediente poliol como modificadores reactivos. El uso de hidroxilpoliaminas es especialmente útil para  
5                   ajustar la viscosidad del poliol componente donde se desee algún control de la viscosidad.

El poliisocianato

10                   El poliisocianato orgánico es preferentemente un poliisocianato polimérico o un prepolimero o un cuasi-prepolimero. Son poliisocianatos preferidos

                  polimetileno-polifenileno-poliisocianato y diisocianatos alifáticos,

15                   y en general cualquier poliisocianato que tenga un peso molecular superior a 250. Otros poliisocianatos preferentes son los prepolimeros que se fabrican por combinación de cualquier poliisocianato adecuado con poliol. Un ejemplo, es el aducto formado por TDI (diisocianato de tolueno) con glicol u otros polioles. Los cuasi-prepolimeros son también  
20                   útiles como poliisocianato, por ejemplo, el cuasi-prepolimero formado por combinación de un exceso estequiométrico de polimetileno-polifenileno-poliisocianato con glicol. El poliisocianato es mantenido en condición esencialmente anhidra, puesto que los grupos  $-N=C=O$  reaccionan con agua.

25                   MODIFICADORES REFORZANTES

                  Como refinamiento de la presente invención, se consigue mejorar la solidez de las propiedades cuando la mezcla formadora de la espuma incluye también resinas reforzantes, tal como melamina-formaldehído, metilato melamina formaldehído, urea-formaldehído y resinas fenólicas.  
30

1 Las resinas de melamina y urea son útiles cuando están  
presentes en cantidades de 0,1 a 5 % en peso de la formu-  
lación. Las resinas fenólicas son útiles en cantidades de  
5 aproximadamente 0,1 a 2 % en peso de la formulación. Las  
resinas modificadoras, generalmente, aumentan las propie-  
dades físicas de la espuma resultante, por ejemplo, la  
resistencia a tensión y compresión. El formaldehído solo,  
es también un aditivo útil en cantidades de 0,1 a 5 % en  
peso.

10 Catalizador

En la presente invención se proponen varios catali-  
zadores. El principal es el catalizador de uretano que se  
emplea para acelerar la reacción entre grupos  $-OH$  y  $-N=C=O$ .  
Son ejemplos los catalizadores de estaño (octoato de esta-  
15 ño; dibutil estaño dilaurato) y los catalizadores amínicos  
(trietilén diamina; N,N,N',N'-tetra metil butano diamina).  
Los catalizadores normales se suministran para completar  
la reacción formadora del uretano. Los sistemas de espuma  
de poliuretano generalmente emplean un 1 % en peso de cata-  
20 lizador en el peso total de la espuma. En la presente in-  
vención al catalizador puede suministrarse en menores canti-  
dades. El contenido propuesto de catalizador es, aproxima-  
damente, de 0,2 a 0,3 % en peso del total de la espuma; sin  
embargo, la cantidad de catalizador puede oscilar del 0,1  
25 al 3,0 % del peso.

Puede emplearse un catalizador secundario para lle-  
var a cabo la reacción independiente de resinas reforzan-  
tes, tal como melaminas o ureamelaminas. Un catalizador  
secundario típico es el ácido para-toluen sulfónico que  
30 se suministra de acuerdo con el contenido de resinas refor-  
zantes, por ejemplo, del 0,5 al 3 % del peso de la re-

1       sina reforzante:

Tensoactivos

5       El tensoactivo debe ser material hidrolíticamente estable; preferiblemente un compuesto de silicona tal como L-5310, L-530, DC-194, DC-193, los cuales se obtienen por vía comercial de la Union Carbide Corporation y Dow Corning Company respectivamente. La cantidad de tensoactivo, generalmente, se encuentra comprendida entre un 0,5 y 0,75 % en peso del total de la espuma.

10       Agentes insufladores

15       Preferentemente se emplean los hidrocarburos halogenados como agentes insufladores, y se incluyen en el polioliol componente o en el poliisocianato componente o divididos entre los dos componentes. Se presenta como agente insuflador el Freon 11B (fluortriclorometano). El dióxido de carbono y otro componente altamente volátil, que sean materiales miscibles, pueden emplearse.

Consideraciones sobre la viscosidad.

20       La viscosidad de la mezcla resultante de polioliol, poliisocianato, catalizador, agente tensoactivo, agente insuflador y silicato acuoso de metal alcalino, debe ser apropiada para conseguir la total dispersión de los elementos en la mezcla proyectada. La dispersión tiene que desarrollar propiedades adecuadas de flujo cuando la mezcla espumosa se deposita en un molde. Las propiedades de flujo son aquellas relativas al tiempo de gelificación de la composición, las cuales, a su vez, se refieren a la naturaleza, cantidad e identidad del catalizador espumante. La viscosidad debe ser lo suficientemente alta para detener cualquier tendencia al colapso en el crecimiento de la

25

30

1 espuma. Preforentemente, la viscosidad debe estar comprendida en el intervalo de 1,000 a 2,000 centipoises.

5 La espuma de poliuretano resultante enriquecida con el silicato de metal alcalino, ofrece buena adhesión a superficies metálicas. La espuma de poliuretano enriquecida con silicato tiene propiedades retardadoras al fuego, que son superiores a las propiedades que se alcanzan usando idéntico polioliol y poliisocianato solamente (dado que se lleva a cabo un ajuste estequiométrico para la comparación)

10 Las mejoras obtenidas se evidencian mediante ensayos sobre la velocidad de propagación de la llama y pruebas de calcinación. La espuma de poliuretano enriquecida con silicato, desarrolla un carbonizado dimensionalmente estable cuando se expone a choque directo con llama. Este carbonizado resiste posteriores carbonizaciones del silicato subyacente de la espuma de poliuretano enriquecida con silicato. La presente espuma de poliuretano enriquecida con silicato tiene buenas características de envejecimiento a la humedad, cuando se expone al 100 % de humedad a elevadas

15 temperaturas. La propiedad de aislamiento térmico de la presente espuma de poliuretano enriquecida con silicato, es mayor que la propiedad de aislamiento térmico de muchas sustancias comerciales térmicamente aislantes, aunque la propiedad de aislamiento térmico no es tan buena como la

20 de espuma de poliuretano convencional que no contiene el silicato acuoso de metal alcalino.

25

30 La presente espuma de poliuretano enriquecida con silicato, tiene un costo más bajo de materiales al compararla con la espuma de poliuretano orgánica convencional de la misma densidad. La presente espuma de poliuretano

1 enriquecida con silicato, puede adaptarse a emplear la  
tecnología existente de espuma de poliuretano y mezclas  
existentes de espuma, y equipos de reparto que incluyen  
boquillas de spray y similares.

5 Cuando la espuma de poliuretano enriquecida con si-  
licato se compara con espuma de poliuretano de la misma  
densidad, la resistencia a la tensión y resistencia a la  
compresión de la espuma de poliuretano enriquecida con si-  
licato, es algunas veces menor, pero, no obstante, comer-  
10 cialmente útil y significativo.

Ejemplo 1

Se prepara una espuma de poliuretano enriquecida con  
silicato por combinación de los siguientes ingredientes:

Componente A

15 7,491 gramos de mezcla de hidroxil poliéster acaba-  
do, descrito abajo más ampliamente;

24,75 gramos de agente tensoactivo, específicamente  
el L-5310 que es una silicona tensoactiva,  
que suministra la Unión Carbide Corporation;

20 8,25 gramos de catalizador, especialmente la trie-  
tilen-diamina, que se consigue comercialmen-  
te bajo el nombre registrado DABCO de la  
Houdry Processing Company;

25 1,65 gramos de un catalizador que es el N,N,N',N'-  
tetra-metil-butano-diamina;

173,75 gramos de fluortriclorometano.

La mezcla de hidroxil poliéster acabado del componente A,  
es un producto de poliesterificación de

32,79 gramos de trimetilol propano;

30 3,73 gramos de 1,6-hexano diol;

1

13,68 gramos de ácido adípico;

25,55 gramos de anhídrido tetrabromoftálico.

Estos ingredientes se llevan a un índice de acidez menor que  
 1. 71,60 partes en peso de este poliol descrito, se combinan con  
 5 1,40 partes en peso de silicona fluida, hidrolíticamente esta-  
 ble, 0,75 partes en peso de solución de trietilendiamina, 26,1  
 gramos de fluorotriclorometano y 0,15 partes en peso de N,N,  
 N',N', tetra metil butano y diamina. La mezcla descrita tota-  
 liza 100 partes en peso y es el ingrediente poliéster hidro-  
 10 xil-acabado del componente A.

10

Componente B

7,491 gramos de un prepolímero de poliisocianato,  
el cual se describe mas detalladamente abajo;

15

749,1 gramos de Freon 11B, por ejemplo, fluorotri-  
clorometano;

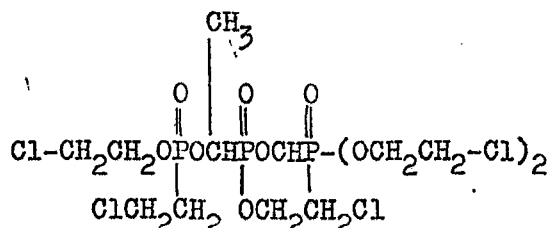
2,80 gramos de un tensoactivo, específicamente  
L-530, que es una silicona tensoactiva que su-  
ministra la Union Carbide Corporation;

20

184,8 gramos de un aditivo retardador de llama, es-  
pecíficamente el Phosgard C-22R, que es un  
halógeno polimérico, que contiene fosfato su-  
ministrado por Monsanto Chemical Corporation.

El Phosgard C-22R tiene la siguiente fórmula estruc-  
tural:

25



El prepolímero de poliisocianato descrito como un ingredien-  
te del componente B, se formula por combinación de

30

79,88 partes en peso de polimetileno polifenileno

diisocianato crudo;

2,50 partes en peso de metil. glucósido basado en polieter;

1,12 partes en peso de silicona fluida, L-5310 suministrada por Union Carbide Corporation;

16,50 partes en peso de Phosgard O-22R.

Los ingredientes se mezclan y calientan a 170-180°F (76,67°C-82,22°C.) y se mantienen a esa temperatura durante una hora, aproximadamente hasta que sustancialmente todos los grupos hidroxilos se han combinado con los grupos isocianato. El material prepolimero resultante tiene un valor de  $-N=C=O$  de 23-25.

Componente C

Silicato sódico acuoso, que tiene:

Una razón en peso de  $SiO_2/Na_2O$  de 2,50;

Una densidad Baume de 42;

Una viscosidad de 60 centipoises medidas a 68°F (20°C.)

Un porcentaje de  $Na_2O$  de 10,60 y un porcentaje de  $SiO_2$  de 26,5.

Se puede conseguir el silicato sódico acuoso de este ejemplo, de la Philadelphia Quartz Company, bajo el nombre de silicato sódico STAR. La expresión silicato sódico STAR se emplea a veces, de aquí en adelante, para identificar este silicato sódico acuoso, que ha sido ampliamente descrito en este ejemplo 1.

Los tres componentes A, B y C, se combinan a una razón aproximada de 1 parte de A, 1,7 partes de B y 2,2 partes de C. Mas específicamente, se mezclan 20,25 gramos de A, 34,7 gramos de B y 45,05 gramos de C en un recipiente con un mezclador de hoja rotatoria durante 10 segundos, hasta

1 observar una crema. Se deja a los ingredientes mezclados  
crecer en el recipiente (cápsula de papel) hasta producir  
una espuma uniformemente celular, que tiene una densidad  
de 3 libras por pié cúbico (48,07 gr./litro). La espuma es  
5 de color blanco y tiene una estructura uniforme de celda  
fina.

El silicato sódico acuoso constituye el 56,5 % en  
peso del total de la formulación.

10 La espuma de poliuretano, como se describe en el  
ejemplo 1, se deposita entre dos hojas planas de acero  
separadas 1"-1/2" (2,54 cm.-3,81 cm.) y de dimensiones  
36" x 45" (91,44 x 114,30 cm.). Las láminas se fijan en  
relación paralela y opuesta una a la otra. Se deposita la  
mezcla cremosa y se la deja crecer en contacto con las dos  
15 láminas de acero. La espuma de poliuretano enriquecida con  
silicato de metal alcalino, exhibe buena adhesión a las  
láminas de acero. La espuma exhibe también buenas caracte-  
rísticas de envejecimiento a la humedad cuando se expone  
al ensayo ASTM del D-2247.

20 Ejemplo 2

El componente A se prepara por combinación de :

26,4 libras (11.974,78 gr.) del poliol hidroxil-aca-  
bado descrito en el ejemplo 1;

25 3,5 libras (1.587,57 gr.) de formaldehído;

8,8 libras (3.991,6 gr.) de Cymel 303 (una resina  
de melamina de la American Cyanamid Corporation)

0,2 libras (90,72 gr.) de catalizador 1010, (un ce-  
talizador de condensación de melamina, especí-  
ficamente el ácido p-toluen sulfónico); y  
30

1 0,2 libras (90,72 gr.) de R-8020 que es un catali-  
zador de reacción para uretano, específicamente,  
una mezcla de trietilon diamina y dimetil eta-  
5 nolamina, que suministra Houdry Processing  
Company.

El componente B se prepara por combinación de :

31,5 libras (14,288,09 gr.) del prepolimero de  
isocianato del ejemplo 1;

10 2,9 libras (1.315,41 gr.) de L-530 (silicona tenso-  
activa);

6,3 libras ( 2.857,62 gr.) de Phosgard G-22R (adi-  
.. tivo retardador de fuego) y

9,5 libras (4.309,11 gr.) de fluorotriclorometano.

15 El componente C, son 100 gramos de silicato sódico acuoso  
STAR, que suministra la Philadelphia Quartz Company, des-  
crito anteriormente.

20 Se prepara una espuma por combinación de 100 gramos  
del componente C con 20,8 gramos del componente A y 79,2  
gramos del componente B. Los tres componentes se mezclan  
en un vaso con un mezclador rotatorio a velocidad número  
4. El tiempo de crema es de 30 segundos, el tiempo de es-  
pesamiento es de 120 segundos, el tiempo de crecimiento  
es de 210 segundos. El material se vierte en una placa de  
25 acero a 108°F. (42,22°C.). El material produce una espuma  
estable. Después de 24 horas se corta una muestra de la  
espuma. La muestra cortada no evidencia contracción. La  
densidad de la espuma es de 4,31 libras (69,06 gr./litro)  
por pié cúbico. El contenido de celda cerrada es de  
30 70,8 %.

El silicato de sodio acuoso constituye el 50 %

1 en peso de la fórmula total.

Ejemplo 3

5 23,2 gramos del componente A (como en el ejemplo 2)  
y 88,4 gramos del componente B (como en el ejemplo 2), se  
combinan con 88,4 gramos de silicato sódico acuoso STAR.  
Los tres componentes se mezclan con un mezclador rotatorio,  
a velocidad núm. 4, durante 10 segundos y se vierten sobre  
una placa de acero a 104°F (40°C.). La composición tiene  
10 un tiempo de crema de 30 segundos, un tiempo de espesamiento  
de 120 segundos y un tiempo de crecimiento de 210 segun-  
dos. Una muestra de la espuma resultante no exhibe contrac-  
ción después de 24 horas. La espuma tiene una densidad me-  
dia de 3,13 libras por pié cúbico (50,15 gr./l.) y una con-  
centración media de calda cerrada de 77,5 %.

15 El silicato sódico acuoso constituye el 44,2 % en  
peso del total de la fórmula.

Ejemplo 4

20 32,8 gramos del componente A ( como en el ejemplo 2)  
y 127,2 gramos del componente B (como en el ejemplo 2) se  
mezclan con 40,0 gramos de silicato sódico acuoso. La mez-  
cla se mezcla con un mezclador rotatorio a la velocidad  
número 4 durante 10 segundos. La mezcla se aplica a un sus-  
trato de acero a 106°F (41,11°C.). La mezcla exhibe un  
25 tiempo de crema de 5 segundos, un tiempo de espesamiento de  
90 segundos y un tiempo de crecimiento de 150 segundos. La  
muestra de espuma no presenta contracción después de las  
24 horas. La densidad media del material es 1,56 libras por  
pié cúbico (25 gr./l.).

30 El silicato sódico acuoso constituye el 20 % del

1 total de la fórmula.

Ejemplo 5

3 Se prepara una muestra de la presente espuma emplean-  
do aproximadamente la mitad de la cantidad de silicona ten-  
soactiva.

Para preparar esta espuma el componente B se prepara por  
combinación de:

83,1 gramos de prepolimero de poliisocianato del  
ejemplo 1.

16,5 gramos de Phosgard C-22R retardador de llama.

0,9 gramos de L-530 silicona tensoactiva; y

25,2 gramos de Freon 11B.

15 La composición de la espuma se prepara por combinación de  
88,4 gramos del componente C (silicato sódico acuoso STAR);  
23,2 gramos del componente A (como en el ejemplo 2); y  
85,8 gramos del componente B tal como aquí se describe. Se  
mezclan los ingredientes con un mezclador rotatorio duran-  
te 10 segundos a la velocidad núm. 4. Los ingredientes  
mezclados se aplican a un sustrato a 108°F (42,22°C.). Se  
20 observa un tiempo de crema de 25 segundos, un tiempo de es-  
pesamiento de 120 segundos y un tiempo de crecimiento de  
200 segundos. La espuma tiene un buen crecimiento y aparece  
seca. La espuma no exhibe contracción después de 24 horas.

25 La espuma tiene un contenido medio en celda cerrada de  
52,2 %. La espuma tiene una resistencia a la tensión de  
20,1 psi. (1,40 Kg./cm<sup>2</sup>). El contenido de silicato sódico  
acuoso de la fórmula es , aproximadamente, del 45% en peso.

1                    Ejemplo 6

Fué evaluado un número de los silicatos sódicos acuosos comercialmente asequibles, incluyendo el silicato sódico STAR descrito en el ejemplo 1.

5                    El silicato sódico acuoso específico de este ejemplo, es un material conocido como Starso que tiene una densidad de 1,80; una densidad Baume de 44,6 %; una razón en peso de  $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$  de 1,80; el tanto por ciento en peso de  $\text{Na}_2\text{O}$  es 13,40; el tanto por ciento en peso de  $\text{SiO}_2$  es 24,1. En este ejemplo, se combinan 88,4 gramos de silicato sódico acuoso Starso (componente C) con 23,2 gramos de componente A (como en el ejemplo 2) y 88,4 gramos de componente B (como en el ejemplo 2). Los componentes se mezclan con un mezclador rotatorio durante 10 segundos a la velocidad núm. 4. El material espumoso en el recipiente de mezclado presenta un tiempo de crema rápido. Se prepara un segundo lote y se mezcla durante 5 segundos con un mezclador rotatorio a la velocidad núm. 4. En este caso el tiempo de crema fué de 0 segundos, aproximadamente, el tiempo de espesamiento fué de 90 segundos y el tiempo de crecimiento de 120 segundos, cuando el material se vertió sobre el sustrato a 108° F (42,22°C.). La espuma tiene una densidad de 2,52 libras por pié cúbico (40,38 gr/l) y un contenido en celda cerrada de 14,0 %. La resistencia a la tensión es de 4,5 psi (0,32 Kg/cm<sup>2</sup>). La espuma es generalmente bastante floja.

25                    Ejemplo 7

Se prepara una espuma sin usar catalizadores espumantes.

30                    Los siguientes ingredientes se mezclan juntos para

1 producir el componente A:

78,30 gramos del poliol hidroxil-terminado  
ingrediente del Ejemplo 1;

10,40 gramos de formaldehído;

5 26,10 gramos de Cymel 303 (resina de hexametilol  
melamina) y

0,60 gramos de catalizador 1010 (ácido p-tolueno  
sulfónico).

10 El componente A para esta composición no contiene catali-  
zador de uretano.

15 Se combinan 23,0 gramos del componente A, como jus-  
tamente se describe, con 88,4 gramos del componente C (si-  
licato acuoso de sodio STAR) y 88,4 gramos del componente  
B (como en el ejemplo 2). Los tres componentes se mezclan  
con un mezclador rotatorio durante 10 segundos a velocidad  
núm. 4 y se aplican a un sustrato a 108°F (42,22°C). El  
tiempo de crema es de 25 segundos, el tiempo de espesa-  
miento es de 180 segundos y el tiempo de crecimiento de  
20 180-240 segundos. La espuma resultante es seca y exhibe  
un buen crecimiento. La espuma tiene una ligerísima con-  
tracción después de 24 horas. La densidad de la espuma es  
de 4,06 libras por pié cúbico (65,05 gr./litro). La con-  
centración en celda cerrada es del 26,5 %. La resistencia  
a la rotura es de 21,7 psi. (1,52 Kg./cm<sup>2</sup>). Una cualidad  
25 interesante en este ejemplo, es que la presente espuma  
puede prepararse sin catalizador de uretano, aunque el  
tiempo de crema, el de crecimiento y el de espesamiento  
aumentan.

30 El silicato acuoso de sodio constituye el 44% en  
peso de la fórmula total.

1 Ejemplo 8

Se prepara una espuma incorporando urea metilolada, específicamente la Beetle 65 (urea metilolada) que es producida por la American Cyanamid Corporation. El componente A se prepara combinando

78,3 gramos del poliol hidroxil-terminado del ejemplo 1;

10,4 gramos de formaldehído

26,7 gramos de la Beetle 65 (urea)

10 0,6 gramos del catalizador 1010 (ácido p-tolueno sulfónico) y

0,6 gramos del catalizador R-8020

15 Se combinan 23,3 gramos del componente especial A, como justamente se describe, con 88,4 gramos del componente C (silicato acuoso de sodio STAR), y 88,4 gramos del componente B como en el ejemplo 2. La mezcla se mezcla con un mezclador rotatorio a velocidad núm. 4 durante 10 segundos y se vierte sobre un sustrato a 108°F (42,22°C.). El material tiene un tiempo de crema de 20 segundos, un tiempo de espesamiento de 180 segundos y un tiempo de crecimiento de 255 segundos. El material forma una espuma que exhibe una ligera contracción después de 24 horas. La espuma resultante tiene una densidad media de 4,26 libras por pie cúbico (68,25 gr./l.). El contenido en celda cerrada es del 25 67,5 %. La resistencia a la tensión es de 14,4 psi. (1,01 KG/cm<sup>2</sup>).

El silicato acuoso de sodio constituye el 44% en peso de la fórmula total.

1 Ejemplo 9

Este ejemplo, similar al ejemplo 1, no incluye resina de melamina o formaldehído.

El componente A se prepara combinando

5 15,6 gramos del poliol hidroxil-terminado del ejemplo 1; y

0,12 gramos del catalizador R-8020.

10 Este componente A se combina con 88,4 gramos del componente C (silicato acuoso de sodio STAR). La mezcla de los dos componentes A y C es difícil, pero se consigue una mezcla adecuada. Después se combinan 88,4 gramos del componente B (como en el ejemplo 2) y los ingredientes se mezclan con un mezclador rotatorio durante 10 segundos a velocidad núm. 4 y se vierten sobre un sustrato a 108°F (42,22°C.). El tiempo de crema es de 25 segundos, el tiempo de espesamiento de 120 segundos y el tiempo de crecimiento de 180 segundos. La espuma exhibe un buen y alto crecimiento y una firme contestura. Hay una ligera contracción después de 24 horas. El contenido en celda cerrada de la espuma es del 47,2%. La densidad es de 2,82 libras por pie cúbico (45,18 gr./l.). La resistencia a la rotura es de 18,1 psi. (1,27 kg/cm<sup>2</sup>). En ausencia de formaldehído y melamina la espuma resultante tiene, generalmente, un bajo contenido en celda cerrada y una resistencia a la tensión reducida.

15 20 25 El silicato acuoso de sodio constituye el 46 % en peso de la fórmula total.

Ejemplo 10

30 La presente espuma puede obtenerse en ausencia de formaldehído usando solamente una resina de melamina.

1

El componente A se prepara combinando  
15,6 partes del poliol hidroxil-terminado del  
ejemplo 1;

5

5,22 partes en peso del Cymel 303 (resina de melami-  
na);

0,12 partes del catalizador 1010 (ácido p-tolucno  
sulfónico); y

0,12 partes del catalizador R-8020

10

Este componente A se combina con 88,4 partes en peso del  
componente C (silicato acuoso de sodio STAR). Hay alguna  
dificultad de emulsificación durante la mezcla, pero al  
final se consigue una mezcla adecuada. Después se mezclan  
88,4 partes del componente B (como en el ejemplo 2) con  
los componentes A y C durante 10 segundos, con un mezcla-  
dor rotatorio a velocidad núm. 4. La mezcla resultante se  
aplica a un sustrato a 108°F (42,22°C.). El tiempo de cre-  
ma es de 30 segundos, el tiempo de espesamiento de 120 se-  
gundos y el tiempo de crecimiento de 240 segundos. La es-  
puma exhibe una ligera contracción después de 24 horas. La  
densidad de la espuma es de 3,32 libras por pié cúbico  
(53,19 gr./litro). El contenido en celda cerrada es del  
57,0 %. La espuma tiene una resistencia a la tensión de  
17,5 psi. (1,23 Kg/cm<sup>2</sup>).

15

20

25

El silicato acuoso de sodio constituye el 46 % en  
peso de la fórmula total.

#### Ejemplo 11

30

Este ejemplo ilustra el uso de un poliol polieter,  
específicamente el Jefferson HD-780, como poliol ingredien-  
te. El Jefferson HD-780 es un poliol de base azucarada que

1 tiene un equivalente en OH de 338, un índice de acidez de 0,2, pH 5,2 y una viscosidad a temperatura ambiente de 7600 centipoises. El componente A en este ejemplo se prepara combinando

5 264 gramos del Jefferson III-780

35 gramos de formaldehído

80 gramos de Cymel 303 (resina de melamina)

2 gramos de catalizador 1010. (ácido p-tolueno sulfónico)

10 2 gramos de catalizador K-8020

15 Se combinan 23,0 gramos del componente A como justamente se describe, con 88,4 gramos del componente C (silicato acuoso de sodio STAR) y 88,4 gramos del componente B (como en el ejemplo 2). La mezcla se realiza con un mezclador rotatorio durante 10 segundos a velocidad núm. 4 y se aplica a un sustrato a 108°F (42,22°C). El tiempo de crema es de 30 segundos, el tiempo de espesamiento es de 240 segundos y el tiempo de crecimiento es de 240-300 segundos. Se consigue una espuma que exhibe una muy lenta solidificación.

20 La espuma tiene una composición estriada y una estructura no homogénea de celda. La espuma tiene una densidad de 2,70 libras por pié cúbico (43,26 gr./litro). La estructura de celda cerrada es del 48,1 %. La resistencia a la tensión es de 6,1 psi. (0,43 Kg/cm<sup>2</sup>)

25 El silicato acuoso de sodio constituye el 44 % en peso de la fórmula total.

#### Ejemplo 12

30 Este ejemplo muestra el uso de un poliéster poliol. El componente A se prepara por combinación de los siguien-

1

tes ingredientes:

78,3 gramos de Mobay Maltron R-4

10,4 gramos de formaldehido

26,1 gramos de Cymel 303 (resina de melamina)

5

0,6 gramos de catalizador 1010 (ácido p-tolueno sulfónico)

0,6 gramos de catalizador R-8020

10

El Maltron R-4 es un poliéster saturado lineal que tiene un peso equivalente de 200, un índice de acidez de 4 y un valor de hidroxilo de 270 a 290. El material es comercialmente asequible como un ingrediente poliol para usar en espumas de uretano y elastómeros. Lo suministra la Mobay Chemical Company.

15

Para preparar una espuma, se combina 23,3 gramos del componente A que acabamos de describir, con 88,4 gramos del componente C (silicato sódico acuoso STAR) y 88,4 gramos del componente B (como en el ejemplo 2). Se mezclan los tres componentes con un mezclador rotatorio durante 10 segundos a la velocidad núm. 4 y se vierte sobre un sustrato a 108°F (42,22°C). El material tiene un tiempo de crema de 35 a 40 segundos, un tiempo de espesamiento de 210 segundos y un tiempo de crecimiento de 300 segundos. La espuma tiene un crecimiento lento y permanece suave. La espuma se raya y aparece una estructura de celda no homogénea. La espuma tiene una densidad de 3,38 libras por pie cúbico (54,16 gr./litro). El contenido en celda cerrada es de 43,9 %.

20

25

Ejemplo 13

30

Otro silicato sódico acuoso, comercialmente ase-

1 quible, es el conocido como N-38, que suministra la  
Philadelphia Quartz Company.

5 El silicato sódico acuoso N-38 tiene una razón de  
 $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$  de 3,22 y una densidad Baume de 38°. Se combi-  
nan los siguientes ingredientes con un mezclador rotatorio  
durante 10 segundos a la velocidad núm. 4:

88,4 gramos de silicato sódico N-38 (componente C)  
23,2 gramos del componente A, tal como se describe  
en el ejemplo 2.

10 88,4 gramos del componente B, tal como se describe  
en el ejemplo 2.

15 Se aplica el material a un sustrato a 108°F (42,22°C) y  
exhibe un tiempo de crema de 45 segundos, un tiempo de es-  
pesamiento de 180 a 240 segundos y un tiempo de crecimen-  
to de 180 a 240 segundos. La espuma exhibe una estructura  
no homogénea y rayas profundas. La densidad es de 3,01 li-  
bras por pié cúbico (48,23 gr/litro). El contenido en cel-  
da cerrada es 59,4 % y la resistencia a la tensión es de  
11,4 psi. (0,80 Kg/cm<sup>2</sup>)

20 Ejemplo 14

25 Otro silicato sódico acuoso es el Diamond Shamrock  
Chemical Corporation de grado 50 que tiene la siguiente  
composición: El contenido de  $\text{Na}_2\text{O}$  es de 14,7 % en peso; el  
contenido de  $\text{SiO}_2$  es de 29,4 % en peso; y la razón de  
 $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$  es 2,00. La densidad es 50° Baume y la viscosidad  
es 122 Stormer por segundo. Se prepara una espuma con 32  
gramos del componente A (como en el ejemplo 1); 120 gra-  
mos del componente B (como en el ejemplo 2); y 120 gramos  
30 del componente C (silicato sódico acuoso de grado 50 de la

1 Diamond Shamrock). Se mezclan los componentes durante 5  
segundos a 1.900 R.P.M. El tiempo de crema es menor de 5  
segundos. El material se espuma rápidamente en la cápsula.  
5 La espuma tiene una densidad de 2,58 libras por pié cúbico  
(41,34 g/litro) y una media de resistencia a la tensión de  
3,3 psi (0,23 Kg/cm<sup>2</sup>) y un contenido en celda cerrada de  
42,1 %.

Ejemplo 15

10 Se prepara una espuma con silicato sódico acuoso de  
la Diamond Shamrock Chemical Corporation de grado 52, que  
tiene un contenido de Na<sub>2</sub>O de 13,9 % en peso, y un conteni-  
do de SiO<sub>2</sub> de 33,4 % en peso, y una razón de SiO<sub>2</sub>/Na<sub>2</sub>O de  
2,40. La densidad es de 52° Baume y la viscosidad de 640  
15 Stormer por segundo. Se prepara una espuma de poliuretano  
enriquecida con silicato sódico por combinación de 120 gra-  
mos del componente C (silicato sódico acuosos de grado 52)  
con 32 gramos del componente A (como en el ejemplo 2) y  
120 gramos del componente B (como en el ejemplo 2). La mez-  
20 cla se mezcla con un mezclador rotatorio durante 5 segun-  
dos a 1.900 R.P.M. y exhibe un tiempo de crema de 15 segun-  
dos, un tiempo de espesamiento de 60 segundos y un tiempo  
de crecimiento de 120 segundos. La espuma tiene una densi-  
dad de 2,63 libras por pié cúbico (42,14 gr/litro), una re-  
25 sistencia a la tensión de 2,6 psi (0,18 Kg/cm<sup>2</sup>) y un conte-  
nido en celda cerrada de 32,7 por ciento.

El silicato sódico acuoso constituye el 44 por cien-  
to en peso del total de la fórmula.

1                    Ejemplo 16

Este es un ejemplo más de espuma de poliuretano enriquecida con silicato sódico acuoso sin aditivos de resinas de melamina.

5                    El componente A se prepara por combinación de :  
379 gramos de poliéster hidroxil-acabado del ejemplo 1;  
50 gramos de formaldehído; y  
2,0 gramos de catalizador R-8020.

10                   El componente B se prepara por combinación de :  
329,5 gramos de Papi-18 (un poliisocianato de polimetileno polifenileno)  
66 gramos de Phosgard C-22R, retardador de llama;  
15                   26,5 gramos de L-5410, silicona tensoactiva; y  
150 gramos de Freon 11B.

Se prepara una espuma de poliuretano de la formulación anterior, por combinación de 32 gramos del componente A descrito con 120 gramos del componente C (silicato sódico acuoso STAR) y 120 gramos del componente B descrito.

20                   Se mezcla la mezcla con un mezclador rotatorio durante 10 segundos y exhibe un tiempo de crema de 10 segundos, un tiempo de espesamiento de 120 segundos y un tiempo de crecimiento de 120 segundos. La Composición se estructura despacio pero consistente en unos 15 minutos aproximadamente. La espuma es generalmente débil y friable. El contenido en celda cerrada es del 1%. La densidad es 2,36 libras por pié cúbico (37,81 gr./litro).

25                   Ejemplo 17

30                   El componente A se prepara por combinación de :

1

67,5 partes en peso de poliéster hidroxil-acabado del ejemplo 1;

9 partes en peso de formaldehído (formalín);

5

22,5 partes en peso de Cymcl 303, una resina de melamina;

0,5 partes en peso del catalizador 1010, ácido p-tolueno sulfónico; y

0,5 partes en peso del catalizador R-8020 trietilendiamina.

10

El componente B se prepara por combinación de :

62,8 partes en peso del prepolímero del poliisocianato del ejemplo 1.

5,95 partes en peso de I-530 silicona tensoactiva;

15

12,54 partes en peso de Phosgard C-22R, retardador de llama plastificante; y

18,90 partes en peso de fluortriclorometano.

El componente C es silicato sódico acuoso STAR.

20

Esta formulación, a la que de aquí en adelante nos referiremos como "Formulación del ejemplo 17", se combina y mezcla en las siguientes proporciones: 11,6 partes en peso del componente A; 44,2 partes en peso del componente B; 44,2 partes en peso del componente C. La mezcla exhibe un tiempo de crema de 30-40 segundos, un tiempo de espesamiento de 3 1/2-4 minutos y un tiempo de crecimiento de 3 1/2-4 minutos.

25

La "Formulación del ejemplo 17" se prueba extensamente con los siguientes resultados.

30

Se prepara una serie de paneles experimentales con la "Formulación del ejemplo 17" emparedados entre dos lá-

1 minas metálicas. La espuma de la /Formulación del ejemplo  
17", tiene una densidad de 3,41 libras por pié cúbico  
(54,64 g/litro) y un contenido de celda cerrada de 86 %  
5 cuando se forma la espuma bajo el confinamiento entre las  
dos láminas metálicas. Las propiedades de libre expansión  
de la espuma de la "Formulación del ejemplo 17" muestra  
una densidad de 2,42 libras por pié cúbico (38,77 g/litro)  
y un contenido en celda cerrada de 77. % .

10 Las muestras de la espuma resultante de la "Formula-  
ción del Ejemplo 17" de los paneles de borde metálico, tie-  
nen una resistencia a la tensión de 23,3 psi. (1,63 kg/cm<sup>2</sup>).

15 Cada panel tiene un espesor de 1-1/2" (2,54cm-  
3,81 cm) y un área de 35" x 45" (88,9 cm. x 114,30 cm). Los  
paneles se llenan completamente en, aproximadamente, 25 se-  
gundos.

#### Ensayos de resistencia al fuego en el ángulo

20 Se ha desarrollado un ensayo modificado de resis-  
tencia al fuego en el ángulo, en el cual, dos paneles de  
cuatro pies de largo cada uno (121,92 cm.), se atan juntos  
formando ángulo. Se reúnen en la esquina palos de madera,  
papel y gasolina y se enciende. La espuma presente de la  
"Formulación del ejemplo 17" no exhibe ningún brote ini-  
25 cial de llama. Durante el fuego hay alguna luz y humo blan-  
co. La llama asciende muy poco sobre la cara del panel. Los  
paneles exponen la espuma hacia el lado del fuego, y la  
parte metálica de la superficie se mantiene fuera del fuego.

#### Ensayos de perforación por fuego

30 El Buró de Minas de U.S. ha establecido una prueba  
de perforación que emplea una antorcha de gas propano que  
tiene su llama dirigida en ángulo recto hacia la superficie

1 de una plancha de espuma de poliuretano de área aproximada  
de 6" x 6" (15,24 cm x 15,24 cm) y espesor exacto de 1"  
(2,54 cm). El objetivo del test es determinar la cantidad  
5 de tiempo requerida por llama para alcanzar el lado opues-  
to de la plancha de espuma de poliuretano, desde el momen-  
to en que se enciende la antorcha. La espuma de poliureta-  
no convencional exhibe tiempos de perforación de 10 segun-  
dos o menos. Una muestra de la presente espuma de la "For-  
mulación del ejemplo 17" requiere 180 segundos para la  
10 perforación.

Conductividad térmica

Se prueban las propiedades de conductividad térmica  
de una muestra de espuma de la "Formulación del Ejemplo 17".  
15 La muestra tiene un espesor de 1,04" (2,64 cm.) y una den-  
sidad de 3,44 libras por pie cúbico (55,1 gr./litro). El  
factor de conductividad térmica K es de 0,169 BTU por hora,  
pie cúbico, grado F. La temperatura diferencial durante el  
ensayo es de 97,4 °F (36,3°C) en el lado caliente y 52,5°F  
(11,4°C) en el lado frío.

20 Envejecimiento por humedad

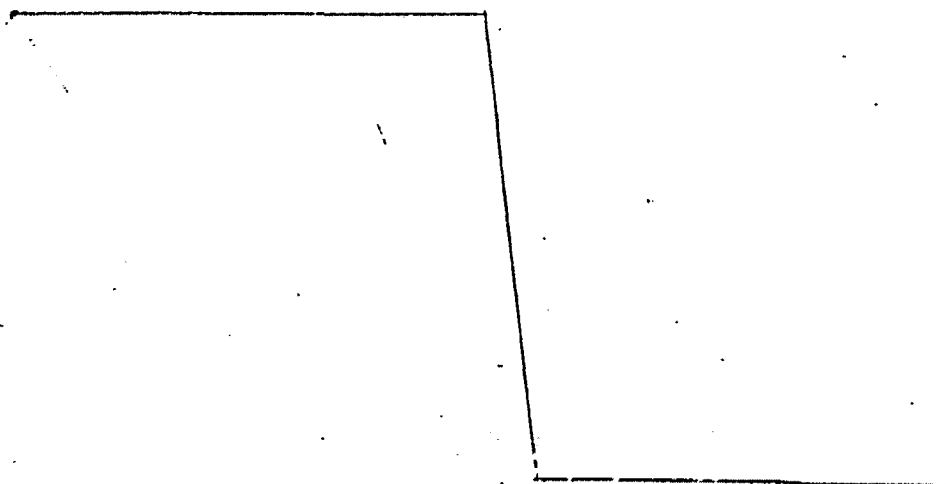
Se somete la espuma de "Formulación del Ejemplo 17"  
a ensayos de envejecimiento por humedad. Se mantienen las  
muestras durante extensos periodos de tiempo al 100 % de  
humedad y 120 °F (48,89°C). Se miden las propiedades de  
25 las muestras varias veces durante los ensayos. En cada una  
de las veces se deja a la muestra ocurrir el agua libre-  
mente antes de medir. Los resultados están expuestos en  
la tabla siguientes.

"FORMULACION EJEMPLO 17" - ENVEJECIMIENTO POR HUMEDAD

100 % DE HUMEDAD A 120°F (48,9°C)

| <u>VALORES</u>    | <u>INICIAL</u>             | <u>DESPUES DE<br/>200 HORAS</u> | <u>DESPUES DE<br/>500 HORAS</u> |
|-------------------|----------------------------|---------------------------------|---------------------------------|
| % celdas cerradas | 91,5                       | 90,2                            | 90,6                            |
| Densidad          | 3,03                       | 3,42                            | 3,23                            |
| Tensión, psi      | 23,4                       | 32,7                            | 38,0                            |
| % expansión       | (1,64 Kg/cm <sup>2</sup> ) | (2,29 Kg/cm <sup>2</sup> )      | (2,66 Kg/cm <sup>2</sup> )      |
|                   | -                          | 2,3                             | 3,4                             |
| % cambio en peso  | -                          | 12,3                            | 16,3                            |

| <u>VALORES</u>    | <u>DESPUES DE<br/>750 HORAS</u> | <u>DESPUES DE<br/>100 HORAS</u> |
|-------------------|---------------------------------|---------------------------------|
| % celdas cerradas | 91,4                            | 88,9                            |
| Densidad          | 3,22                            | 3,80                            |
| Tensión, psi      | 18,1                            | 21,5                            |
| % expansión       | (1,27 Kg/cm <sup>2</sup> )      | (1,51 Kg/cm <sup>2</sup> )      |
|                   | 3,9                             | 5,0                             |
| % cambio en peso  | 7,0                             | 8,9                             |



1

Ejemplo 18

Se prepara y ensaya un sistema de espuma que identificamos como "Formulación del ejemplo 18".

5

El componente A se prepara combinando:

380 partes de poliéster hidroxil-acabado del ejem. 1

50 partes de formaldehído al 37 % (formalin)

32,5 partes de Gynel 303 (resina de melamina)

1,5 partes de catalizador 1010 (ácido p-tolueno sulfónico)

10

5 partes de catalizador R-8020

15 partes de DMP-30, manufacturado por Rohm and Haas;

7 partes de L-530 silicona tensioactiva; y

90 partes de fluor-triclorometano.

15

Total 581 partes

El componente B se prepara por combinación de :

330 partes de Papi-27/prepolimero de Neopentil glicol (de formación descrita más abajo)

20

80 partes de Phosgard C-22, retardador de llama;

7 partes de L-530, silicona tensioactiva; y

90 partes de fluortriclorometano.

Total 507 partes

25

El componente C se prepara combinando 300 partes de silicato sódico acuoso de grado fundido con 20 partes de agua, que tiene un total de 320 partes. El silicato sódico acuoso es específicamente el Diamond Shamrock Chemical Corporation de grado 49 FG de razón  $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$  de 2,58 y una densidad Baume de 49°.

30

1           La proporción de la mezcla para producir una espuma es de 40 partes en peso del componente A, 112 partes en peso del componente B y 150 partes en peso del componente C.

5           El prepolimero en el componente B, se prepara mezclando 19 partes en peso de Papi-27 (un poliisocianato de polimetileno polifenileno de una funcionalidad de, aproximadamente, 3) con una parte en peso de NPG (neopentil glicol). La adición se lleva a cabo a unos 230°F (110°C). El neopentil glicol se añade en, aproximadamente, ocho porciones alicuotas, una cada cinco minutos con agitación. La reacción es fuertemente exotérmica. Una viscosidad final del prepolimero en el componente B oscila entre 185.000 y 200.000 cps.

15           La espuma resultante tiene un tiempo de crema de 15 segundos, un tiempo de espesamiento de 60 segundos y un tiempo de crecimiento de 70 segundos. La espuma tiene un contenido de celda cerrada de 76 % y una densidad de 3,5 libras por pie cúbico (56,08 gr./litro).

20           Este material se somete al ensayo de perforación por fuego, tal como se describe en el ejemplo 17. El tiempo de perforación por fuego es de 13 minutos.

Ejemplo 19

25           Otro sistema útil de espuma de poliuretano se identifica como "Formulación del ejemplo 19".

El componente A se prepara combinando:

379    gramos de poliéster hidroxil-acabado del ejemplo 1;

30           50    gramos de formaldehído (formalina)

- 1 31,5 gramos de Cymel 303 (resina de melamina).
- 0,8 gramos de catalizador 1010 (ácido p-toluen sulfónico);
- 2,9 gramos de catalizador R-8020
- 5 14,5 gramos de catalizador DMP-30 (un catalizador fenol-tipo amina manufacturado por Rohm y Haas Corporation);
- 107,7 gramos de silicona tensoactiva L-5410; y
- 438,0 gramos de fluortriclorometano.

10 El componente A tiene una viscosidad Brookfield a 70°F (21,11°C) de 960 centipoises.

El componente B se prepara combinando:

- 15 660 gramos de Papi-28 (poliisocianato de polimetileno polifenileno);
- 122 gramos de Phosgard G-22R retardador de llama;
- 4,5 gramos de L-5310, silicona tensoactiva.

El componente B tiene una viscosidad Brookfield de 600 cps. a 70°F (21,11°C).

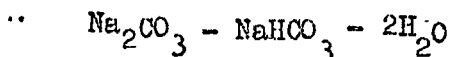
20 Se prepara una espuma de poliuretano combinando 57,2 gramos del componente A, tal como se describe, con 98,4 gramos del componente B y 120,0 gramos del componente C, que es silicato sódico acuoso 49 FG (ver ejemplo 18). El total de la "Formulación del ejemplo 19" contiene 272,0 gramos. La mezcla se mezcla durante 10 segundos. Se observa un tiempo de crema de 10 segundos, un tiempo de espesamiento de 70 segundos y un tiempo de crecimiento de 120 segundos. La espuma resultante tiene aproximadamente un contenido en celda cercada del 3 %.

25  
30 Esta espuma según la "Formulación del ejemplo 19" se somete a un ensayo de perforación por fuego, preparando

1 una muestra de 6" cuadradas por 1" ( 38,75 cm<sup>2</sup> por 2,54 cm)  
de espesor, tal como se describe en el ejemplo 23. El en-  
sayo de perforación por fuego resiste más de 30 minutos.

Composición de la espuma resultante

5 Análisis de rayos X de productos del ejemplo 1 y  
18, indican algunos silicatos cristalinos en la espuma re-  
sultante. Las espumas también presentan un patrón de rayos  
X que es característico de una sal compleja de carbonato  
sódico y bicarbonato sódico con un nivel de 5 a 15 % en  
10 peso. La sal compleja tiene la siguiente estructura empí-  
rica



15 Se ha especulado que esas sales complejas se forman  
por reacción de dióxido de carbono que se desarrolla en la  
reacción de isocianatos con agua. El dióxido de carbono se  
combina rápidamente con el silicato sódico  $\text{Na}_2\text{SiO}_2$ , para  
formar el carbonato y bicarbonato sódicos. Los complejos  
de carbonato y bicarbonato sódico, absorben rápidamente  
20 agua del sistema como agua de cristalización.

Este mecanismo responde en parte al hecho de que  
los productos de espuma de poliuretano parecen estar esen-  
cialmente libres de agua no combinada, a pesar de que el  
ingrediente silicato sódico acuoso de partida, constituye  
desde, aproximadamente, 7 a 50 % en peso de la espuma resul-  
25 tante.

La velocidad a la que se origina el dióxido de car-  
bono en la espuma, parece ser importante respecto al carác-  
ter de la gel de sílice que resulta. Una evolución extre-  
madamente rápida de dióxido de carbono gelifica  $\text{SiO}_2$  en una  
30 estructura tipo cristalino. Una liberación lenta de dióxido

1 de carbono tiende a precipitar  $\text{SiO}_2$  que forma partículas  
esféricas de sílice coloidal de, aproximadamente, 15 milimi-  
crones de diámetro. Estas partículas de sílice forman luego  
un gel. El análisis indica que la gel de sílice en las pre-  
5 sentes espumas de poliuretano, es una mezcla híbrida de  
los dos tipos de gel que acabamos de describir.

Ejemplo 20

10 Se preparan una serie de productos de espuma utili-  
zando la resina de poliéster saturado del ejemplo 1 como  
poliol ingrediente, y un prepolimero polimérico como iso-  
cianato ingrediente. El componente A contiene 11,51 partes  
en peso del poliéster, 3,00 partes en peso de fluortriclo-  
rometano, 1,0 partes en peso de silicona fluida como ten-  
soactivo y 0,25 partes en peso de una mezcla de trietilen  
15 diamina y dimetil etinol amina como catalizador.

El prepolimero de poliisocianato se forma por com-  
binación polimérica MDI, un poliéter sorbitol que tiene un  
valor hidróxilo de 490-500, una silicona fluida como ten-  
soactivo y Phosgard C-22R. El prepolimero tiene un conte-  
20 nido NCO de 23 a 24 % en peso.

El componente B se prepara por combinación de 33,52  
partes en peso del prepolimero de poliisocianato descrito;  
1,22 partes en peso de silicona fluida como tensoactivo; y  
5,38 partes en peso de fluortriclorometano como agente  
25 insuflador.

El componente C en estas series de preparación de  
espumas es silicato sódico acuoso comercialmente asequi-  
ble, incluyendo:

30

---

1

5

|     |        | <u>Razón de SiO<sub>2</sub>/Na<sub>2</sub>O</u> | <u>Densidad Baume</u> |
|-----|--------|---|-----------------------|
| (a) | "STAR" | 2,50  | 37,1                  |
| (b) | -      | 1,60  | 51,1                  |
| (c) | N-38   | 3,22  | 37,6                  |
| (d) | -      | 3,85  | 32,0                  |

10

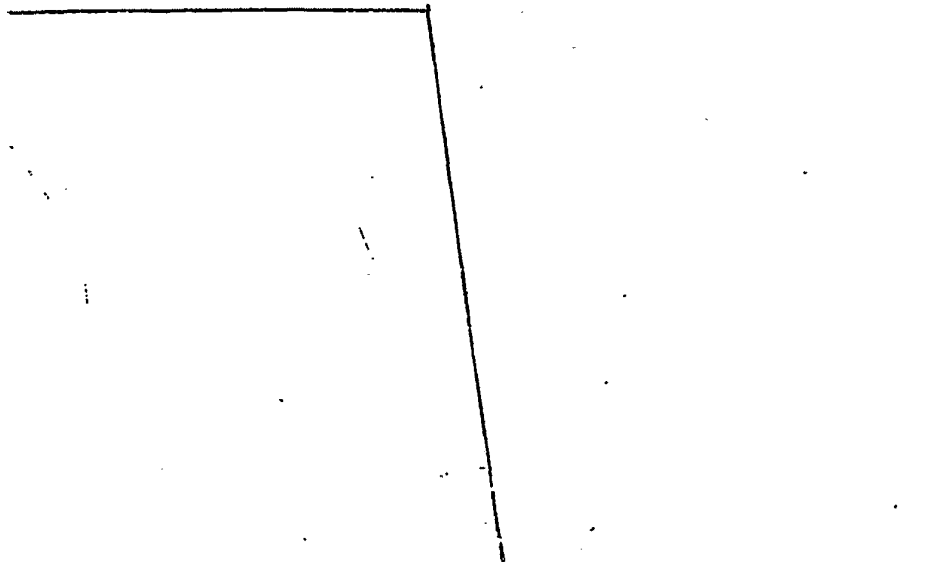
En todos los casos los tres componentes A, B y C, se mezclan y se dejan crecer libremente para producir el producto espumoso. Las proporciones en peso de los tres componentes se presentan en la tabla siguiente, junto con valores de la densidad del producto, contenido en celda cerrada, y valores del índice de oxígeno para muestras seleccionadas. En todos los casos se genera un producto de espuma termoendurecido.

15

20

25

30



1

PROPIEDADES DE LOS PRODUCTOS DE ESPUMA

| MUESTRA | COMPO-<br>NENTE<br>A | COMPO-<br>NENTE<br>B | COMPO-<br>NENTE<br>C | DENSIDAD<br>P.C.F. | % CELDA<br>CERRADA | INDICE<br>DE<br>OXIGENO |      |
|---------|----------------------|----------------------|----------------------|--------------------|--------------------|-------------------------|------|
| 5       | I                    | 11,9                 | 42,7                 | 45,4(a)            | 4,2                | 25,1                    | 29,0 |
|         | II                   | 26,04                | 66,96                | 7,0(b)             | baja               | -                       | -    |
|         | III                  | 41,0                 | 52,0                 | 7,0(b)             | 1,5                | -                       | 26,7 |
|         | IV                   | 24,0                 | 61,0                 | 15,0(b)            | muy baja           | -                       | -    |
|         | V                    | 20,0                 | 50,0                 | 30,0(b)            | medianamente baja  | -                       | -    |
| 10      | VI(e)                | 17,0                 | 43,0                 | 40,0(b)            | -                  | -                       | -    |
|         | VII(f)               | 14,0                 | 36,0                 | 50,0(b)            | -                  | -                       | -    |
|         | VIII(f)              | 10,0                 | 25,0                 | 65,0(b)            | -                  | -                       | -    |
|         | IX                   | 31,0                 | 39,0                 | 30,0(b)            | -                  | -                       | -    |
|         | X(g)                 | 7,35                 | 27,7                 | 65,0(a)            | 8,0                | 36,7                    | 38   |
| 15      | XI                   | 26,04                | 66,96                | 7,0(c)             | 0,76               | -                       | -    |
|         | XII                  | 26,04                | 66,96                | 7,0(d)             | 0,65               | -                       | -    |
|         | XIII                 | 24,0                 | 61,0                 | 15,0(c)            | -                  | -                       | -    |
|         | XIV                  | 24,0                 | 61,0                 | 15,0(d)            | 0,80               | -                       | -    |
|         | XV(h)                | 20,0                 | 50,0                 | 30,0(c)            | -                  | -                       | -    |
| 20      | XVI(h)               | 20,0                 | 50,0                 | 30,0(d)            | -                  | -                       | -    |
|         | XVII(h)              | 17,0                 | 43,0                 | 40,0(d)            | -                  | -                       | -    |

Notas.-

- (e) - Reacción muy rápida, dificultad para obtener muestras significativas para ensayos.
- 25 (f) - Reacción rápida, dificultad para mezclar los componentes.
- (g) - Se le añade un 0,22 % en peso de dibutil dilaurato de estaño como catalizador.
- 30 (h) - Se forma gel de sílice en pocos segundos después de mezclar.

Ejemplo 21

Los intentos para manufacturar los productos de la presente espuma de poliuretano, usando polieter polioles, han conseguido un éxito limitado. Se prueba una espuma que emplea como componente A

7,15 partes en peso de un poliol conocido como R-S 530, que es un aducto de óxido de alquile-no de sucrosa, que tiene un número de sucrosa de 530;

0,25 partes en peso de una mezcla de trietilen diamina y dimetil etanol amina como catalizador; y 1,00 partes en peso de fluortriclorometano como agente insuflador.

Se combinan 8,40 partes en peso del componente A descrito, con 40 partes en peso del componente B, tal como se describe en el ejemplo 20 y 44 partes en peso de silicato sódico acuoso "STAR". Los ingredientes no se mezclan bien, principalmente, debido a la elevada viscosidad del componente A. En un esfuerzo por suplir un polieter poliol con una viscosidad más baja, se selecciona PEP-450. El PEP-450 es un aducto de óxido de alquileno de pentaeritritol que tiene un valor de hidroxilo de 560. Por lo tanto el componente A consiste en 7,15 partes en peso de PEP-450; 0,15 partes en peso de una mezcla de trietilen diamina y dimetil etanol amina como catalizador y 3,00 partes en peso de fluortriclorometano como agente expansor. Se combinan 10,4 partes en peso del componente A descrito con 40,1 partes en peso del componente B (como en el ejemplo 20) y 44 partes en peso de silicato sódico acuoso (STAR) comercialmente asequible. Los ingredientes se mezclan adecuada-

1 mente y se espuman con un ligero crecimiento.

Ejemplo 22

5 Se prepara una espuma empleando un isocianato poli-  
mérico (distinguido de un prepolímero) como fuente de gru-  
pos isocianatos en el componente B. El componente A es el  
nismo que en el ejemplo 20. El componente B contiene 29,39  
partes en peso de polimetileno crudo, polifenileno poliiso-  
10 cianato; 5,43 partes en peso de Phosgard G-22R, un retarda-  
dor aditivo de llama; 2,20 partes en peso de una silicona  
fluida; y 5,20 partes en peso de fluortriclorometano. El  
componente C es silicato sódico acuoso, comercialmente ase-  
quible, que tiene una razón en peso de  $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$  de 37,1.  
En orden a producir la espuma, se combinan y mezclan duran-  
15 te 10 segundos, antes de verterlos en un molde calentado a  
100°F (37,78°C); 11,2 partes en peso del componente A;  
44,5 partes en peso del componente B; 42,5 partes en peso  
del Componente C y 1,8 partes en peso de fluortriclorome-  
tano adicional. Se genera una estructura de espuma termo-  
20 durada.

Ejemplo 23

25 Se prepara una espuma empleando como ingrediente  
poliol una resina saturada de poliéster, no halogenada. Se  
prepara específicamente una resina de poliéster, a partir  
de ácido adípico, trimetilol propano y dietilen glicol,  
que se llevan a un valor ácido final de, aproximadamente,  
3,0 y un valor final de hidroxilo de, aproximadamente, 400.

30 El componente A se prepara combinando 11,51 partes  
en peso del poliéster saturado descrito, con 3,00 partes

1 en peso de fluorotriclorometano; 0,25 partes en peso de una  
mezcla de trietilen diamina y dimetil etanol amina como ca-  
talizador y 1,00 partes en peso de una silicona fluida como  
tensoactivo.

5 El componente B es el mismo que se describe en el  
ejemplo 20. El componente C es silicato sódico acuoso (STAR

Se prepara una espuma combinando 11,6 partes en pe-  
so del componente A, 43,3 partes en peso del componente B,  
43,2 partes en peso del componente C y 1,8 partes en peso  
10 de fluorotriclorometano adicional. Se mezclan los ingre-  
dientes durante 10 segundos y se vierten en un molde calen-  
tado a unos 60°C. Se desarrolla una satisfactoria espuma  
termoendurecida.

15 Ejemplo 24

Se prepara una espuma usando como ingrediente polioliol  
una mezcla de poliesteres saturados y polieteres poliolicos.  
El componente A es una mezcla del componente A descrito en  
el ejemplo 23 y la siguiente porción de polieter que con-  
tiene 11,51 partes en peso de ES-530, que es un aducto de  
20 óxido de alquileo de sucrosa que tiene un número de hidró-  
xilo de 530; 3,00 partes en peso de fluorotriclorometano;  
0,25 partes en peso de una mezcla de trietilen diamina y  
dimetil etanol amina y una parte en peso de una silicona  
fluida. En orden a producir el componente A, se combinan  
25 15,9 partes en peso de una porción de polieter polioliol con  
13,0 partes en peso del poliester del ejemplo 23. El conte-  
nido total de componente A es de 28,9 partes en peso. A es-  
ta composición se le añaden 108,5 partes en peso del compo-  
30 nente B, como en el ejemplo 20; 108,1 partes en peso del

1 componente C (silicato sódico acuoso, STAR) y 4,6 partes  
en peso de fluorometrilclorometano suplementario. La mez-  
cla forma una espuma gruesa, suave.

5 Ejemplo 25

Se prepara un producto espumoso, empleando un gli-  
col como ingrediente poliol. El componente A incluye 5,00  
partes en peso de dipropilen glicol; 3,00 partes en peso  
de fluorotriclorometano; 0,25 partes en peso de una mezcla  
10 de trietilen diamina y dimetil etanol amina como cataliza-  
dor; y 1,00 parte en peso de una silicona fluida tensoac-  
tiva. El componente B y el componente C son los mismos del  
Ejemplo 20. Se prepara una espuma combinando 10 partes en  
peso del componente A descrito con 43 partes en peso del  
componente B y 47 partes en peso del componente C. Los ma-  
15 teriales resultantes, producen una masa de espuma que exhibe  
alguna contracción después de formarse.

Ejemplo 26

Se prepara una espuma, empleando solamente formal-  
20 dehído como aditivo modificante. Los componente B y C son  
los mismos que los descritos en el Ejemplo 20. El componen-  
te C incluye 10,14 partes en peso de una resina de polies-  
ter del Ejemplo 20; 1,34 partes en peso de formalin (solu-  
ción en agua de formaldehído al 37 %) y 0,27 partes en pe-  
25 so de una mezcla de trietilen diamina y dimetil etanol ami-  
na como catalizador.

Se prepara una espuma combinando 11,8 partes en pe-  
so del componente A y 44,1 partes en peso de cada uno de  
los componentes B y C. Se mezcla el material durante 14 se-  
30 gundos. La mezcla se crema en 20 segundos y tiene un tiempo

1 de crecimiento de 80 segundos. La espuma tiene una resistencia a la compresión paralela al crecimiento de 38,8 psi (2,72 Kg/cm<sup>2</sup>) y un índice de oxígeno de 31,1.

5 Ejemplo 27

Se prepara una espuma empleando resinas fenólicas como resinas reforzantes. La resina específica es una resina de fenol-formaldehído, alcali catalizada, soluble en agua, la N-1320 manufacturada por Pacific Resina y Chemicals que contiene un 63 % en peso de material no volátil en agua. El material es comercialmente asequible para uso normal como una resina inferior aglutinante de ceniza. El componente B y el C son los mismos que los del Ejemplo 20. El componente A se prepara combinando 9,45 partes en peso de una resina de poliéster saturado del Ejemplo 20; 2,06 partes en peso de una resina fenólica acuosa, la N-1320 y 0,24 partes en peso de un catalizador mezcla de trietilén diamina y dimetil etanolamina. Se prepara la espuma combinando 11,8 partes del componente A descrito y 44,1 partes en peso de cada componente B y C. La espuma resultante parece contraerse después de su formación. La espuma exhibe un índice de oxígeno de 29,8.

15 Sólo se pueden emplear pequeñas cantidades de resinas fenólicas acuosas, puesto que, las resinas fenólicas tienden a formar, instantáneamente, geles de sílice cuando se mezclan con silicato sódico acuoso.

25 Han sido preparados productos de espuma de poliuretano útiles, adicionales, utilizando silicato potásico acuoso con una razón en peso de SiO<sub>2</sub>/K<sub>2</sub>O de 2,1 (38,8 por ciento en peso de sólidos) y 2,2 (29 por ciento en peso

30

1

de sólidos). Las formulaciones espumantes incluyen 17,5, 30,35 y 50 por ciento en peso del componente de silicato potásico acuoso.

5

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

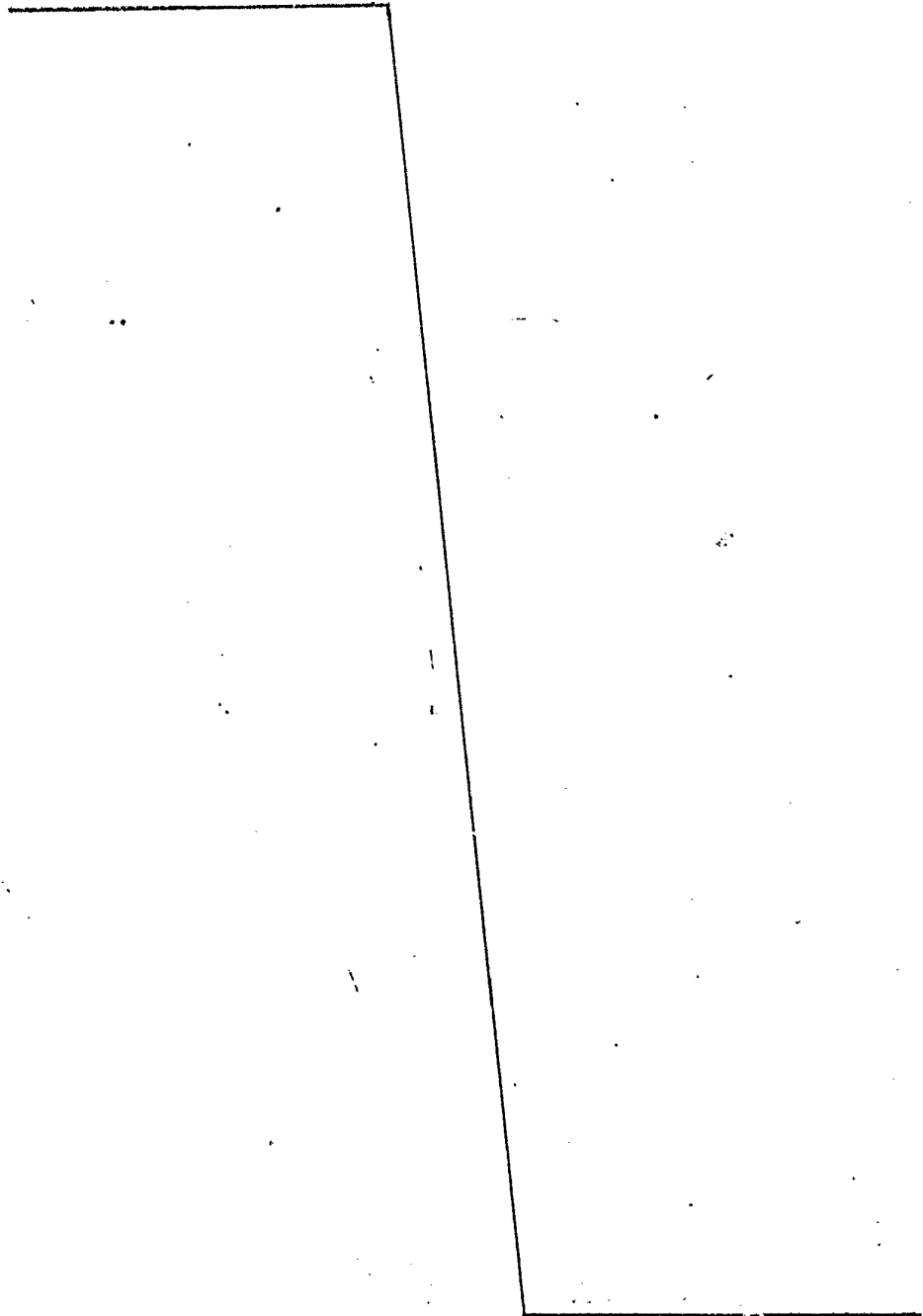
10

15

20

25

30



REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para la producción de una espuma de estructura rígida que se caracteriza por hacer reaccionar conjuntamente:

A. Un poliol orgánico

B. Un poliisocianato orgánico y

C. Silicato sódico acuoso que tiene una razón de  $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$  de 2,4 a 3,25;

donde al menos, uno de los tres componentes (A,B, C) contiene un agente insuflador disuelto;

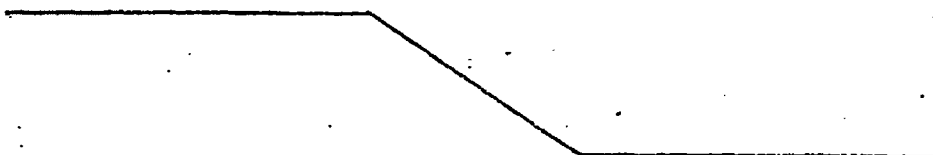
en presencia de un tensoactivo y un catalizador para la reacción de los radicales  $-\text{OH}$  y  $-\text{N}=\text{C}=\text{O}$ ; y

donde el peso del citado silicato sódico acuoso, constituye del 10 al 60% del peso de los componentes.

2. El procedimiento de la Reivindicación 1, que comprende la reacción de los tres Componentes A, B, C citados, donde el tensoactivo citado se incluye en A ó B, el agente insuflador citado se incluye en A ó B, y el catalizador citado se incluye en A.

3. El procedimiento de la Reivindicación 1, donde el agente insuflador citado, es un hidrocarburo halogenado.

4. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la patente de Invención que se solicita:  
UN PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE UNA ESPUMA DE ESTRUCTURA RIGIDA.



1

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente memoria descriptiva que consta de cuarenta y siete páginas mecanografiadas y dibujos que se acompañan.

5

Madrid, 15 de Octubre de 1.974

BERNABO UNGRIA

P.P.



10

15

20

25

30

