

10 MAYO 1976
CONCEDIDA

332296

Int. Cl. C. 8 G

MEMORIA DESCRIPTIVA

de una Patente de Invención a nombre de:
Hoechst Aktiengesellschaft, de nacionali-
dad alemana, domiciliada en D 623 Frank-
furt/Main-80, (Alemania); por: "PROCEDI-
MIENTO PARA LA PREPARACION DE POLIURETA-
NOS O ESPUMAS DE POLIURETANO INCOMBUSTI-
BLES".

---ooo000ooo---

El invento concierne a un procedimiento para la pre-
paración de poliuretanos o espumas de poliuretano incombusti-
bles, que en calidad de agente protector contra la combustión
contienen un polifosfato amónico con una determinada longitud
de cadena, así como eventualmente otras sustancias incombusti-
bilizantes, desarrollando el polifosfato amónico ventajosas pro-
piedades ya en la carga de preparación de poliuretano.

Es sabido, para aprestar a poliuretanos de manera que
tengan resistencia a la combustión, utilizar compuestos de fós-
foro y nitrógeno, tales como por ejemplo ortofosfato diamónico,
que se añaden a la carga de preparación de poliuretano. No obs-

5

10

tante, el ortofosfato diamónico, a causa de su solubilidad en agua, posee la desventaja de ser eliminado por lavado desde el material sintético bajo la influencia de la humedad, con lo cual el material sintético pierde su incombustibilidad original.

5 Por lo tanto, en la DAS 1.283.532 se propone la utilización de polifosfatos amónicos ampliamente insolubles en agua en calidad de agentes protectores contra la combustión para poliuretanos, correspondiendo estos polifosfatos a la fórmula general



en que n es un número entero con un valor medio situado por encima de 10, m significa un número entero hasta de como máximo n+2 y el valor de m/n se encuentra entre aproximadamente 0,7 y 1,1. Los polifosfatos amónicos conocidos son empleados en cantidades de 5 a 15% en peso de la carga de preparación. En el comercio se pueden adquirir sólo los productos de policondensación con la precedente fórmula, en los cuales el valor medio de n se encuentre entre aproximadamente 20 y aproximadamente 400, determinado de acuerdo con el procedimiento de valoración de grupos terminales (van Wazer, Griffiter y Mc Cullough, Anal. Chem. 26, (1954) página 1755), después de que los polifosfatos amónicos hubieron sido transformados en la forma ácida con ayuda de resinas intercambiadoras de iones.

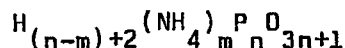
25 Se ha comprobado que polifosfatos amónicos con un grado de condensación n de aproximadamente 100 a 400 plantean dificultades para la dosificación en cargas de preparación de

poliuretano. Dado que los componentes de la carga para la preparación de poliuretano son líquidos y deben ser mezclados íntimamente con una rapidez de segundos durante la transformación mecánica, los polifosfatos amónicos sólidos son empastados ya antes del proceso de mezclado con un componente de la carga de preparación, preferiblemente con el poliol o con una mezcla --
5 previa del poliol con catalizadores y/o estabilizadores y agentes de expansión. De esta manera se garantizan un completo humedecimiento de la sal de fosfato y una buena aptitud para el
10 mezclado con los restantes componentes de la carga. A causa de las diferencias de densidades existentes entre el polifosfato amónico y el componente de poliol o la mezcla previa de poliol, aparece después del empastado un descenso gradual de la sal de fosfato en el recipiente mezclador con formación de un sedimen
15 to. De esta manera resultan pastas con concentraciones diversas, que en la subsiguiente reacción con el componente de isocianato proporcionan poliuretanos con diferentes grados de protección contra la combustión.

Se ha encontrado ahora que se puede evitar la desventajosa formación de sedimentos, antes descrita, de los polifosfatos amónicos conocidos, si se utiliza un polifosfato amónico con elevado grado de condensación. Este, a pesar de que es menos soluble en agua, tiene tendencia a la formación de -
20 geles en suspensión acuosa, a diferencia de los productos usuales en el comercio.

El invento concierne, por lo tanto, a un procedimiento para la preparación de poliuretanos o espumas de poliuretano incombustibles que contienen un polifosfato amónico en calidad

de agente protector contra la combustión así como eventualmen-
te otra sustancia incombustibilizante, y está caracterizado --
porque el polifosfato amónico corresponde a la fórmula general



5 en que n significa un valor medio expresado en números enteros
desde por encima de 400 hasta de aproximadamente 1000, y la --
proporción de m a n es de aproximadamente 1.

Preferiblemente, de acuerdo con el invento se emplea
un polifosfato amónico con un grado de condensación n de apr-
ximadamente 500 a 800, especialmente de 600 a 800, siendo la -
10 proporción del fosfato de alrededor de 0,5 a 20% en peso, espe-
cialmente de 1 a 10% en peso, referido al peso total.

El polifosfato amónico de acuerdo con el invento pue-
de ser utilizado bien sea sólo bien sea en combinación con - -
15 otros agentes protectores contra la combustión. Como otra sus-
tancia incombustibilizante es apropiado, por ejemplo, fosfato
de tris(2-clorostilo), que puede presentarse en un poliuretano
en una cantidad de aproximadamente 2 a 30% en peso, referido al
peso total.

20 La preparación del poliuretano o del material espuma
do de poliuretano no es objeto directo del invento.

El material sintético puede obtenerse de manera con-
cida por reacción de compuestos polihidroxílicos de elevado pe-
so molecular con poliisocianatos en presencia de un catalizador
25 así como de agentes de expansión, sustancias tensioactivas y -
otros agentes auxiliares de transformación. Igualmente, la pre-

paración del polifosfato amónico utilizable de acuerdo con el -
invento, se describe ya en la solicitud de patente alemana
P 22 30 174.8, consistiendo el procedimiento en que se calien-
tan cantidades aproximadamente equimoleculares de ortofosfato
5 amónico y pentóxido de fósforo a temperaturas entre 170° y
350°C en presencia de amoníaco gaseoso con mezclado, amasado y
desmenuzamiento constantes y simultáneos del producto de reac-
ción.

Como compuestos polihidroxílicos para la preparación
10 de poliuretanos entran en consideración, dioles, polioles, po-
liésteres, poliésteres o poliésteramidas. En general, estas sus-
tancias tienen un peso molecular de aproximadamente 60-5.000 y
contienen por lo menos dos grupos OH por molécula. Su índice -
de hidroxilo se encuentra habitualmente entre alrededor de 40
15 y 700 mg de KOH/g.

El poliisocianato necesario como otro componente de
partida puede ser un isocianato aromático o alifático con al -
menos dos grupos NCO por molécula, pudiendo tratarse de poliiso-
cianatos monómeros o poliisocianatos polímeros o también de po-
20 liisocianatos que han reaccionado parcialmente con polioles pa-
ra formar los denominados "prepolímeros".

Para acelerar la reacción se añaden habitualmente ca-
talizadoras o mezclas de éstos en pequeñas cantidades. Como ta-
les son apropiadas especialmente aminas terciarias o compuestos
25 organometálicos tales como compuestos de estaño o de plomo diva-
lentes.

Usualmente se procede de modo tal que en la carga de
preparación de poliuretano existe un pequeño exceso sobre la -

cantidad estequiométrica de grupos NCO con respecto a los grupos hidroxilo del compuesto de poliol. No obstante, también se puede trabajar con un déficit de grupos NCO. Los límites para el contenido de grupos NCO con respecto a los grupos hidroxilo se encuentran entre aproximadamente 90 y 130%, especialmente - entre 102 y 110%, referido a la cantidad estequiométrica.

Dependiendo del grado de protección contra la combustión deseado, se agrega a la carga de preparación de poliuretano aproximadamente 0,5 a 20% en peso, especialmente 1 a 10% en peso de polifosfato amónico, referido al peso total de la carga. El polifosfato amónico es incorporado en el poliol, usualmente antes de mezclar el poliol con el compuesto de isocianato. Dicho polifosfato puede ser mezclado también con otros agentes líquidos de protección contra la combustión y esta mezcla puede ser agregada a la carga de preparación de poliuretano.

Los poliuretanos de acuerdo con el invento pueden ser preparados tanto en forma compacta como también en forma espumada. Para la preparación de espumas de poliuretano se emplean agentes de expansión usuales, tales como alcanos clorados y fluorados de bajo punto de ebullición, y/o agua. En este caso la cantidad de agente de expansión depende de la densidad aparente deseada de la espuma de poliuretano.

Finalmente, en calidad de agentes auxiliares de transformación para la preparación de poliuretanos sirven además estabilizadores de la espuma para el propósito de regular la estructura celular, siendo apropiados como tales siliconas o polisiloxanos tensioactivos.

Dependiendo de la selección del poliol y de la propor

ción cuantitativa de los componentes individuales de la carga, se pueden preparar espumas de poliuretano desde elásticas hasta rígidas. Para la preparación de espumas rígidas, tal como se necesitan por ejemplo para el aislamiento de materiales de construcción, se necesitan polioles altamente reticulados con un gran número de grupos hidroxilo.

Los polifosfatos amónicos de acuerdo con el invento se caracterizan, en calidad de agentes de protección contra la combustión en masas de moldeo de poliuretano, en comparación con polifosfatos amónicos habituales, por una menor solubilidad en agua, de manera que no existe el peligro de que sean eliminados por lavado desde el material sintético bajo la influencia de la humedad. Por ello permanece garantizada la incombustibilidad del material sintético durante largo tiempo. Como consecuencia de la propiedad de formación de geles que poseen los polifosfatos amónicos de acuerdo con el invento se garantiza una distribución uniforme constante en la carga de preparación de poliuretano, especialmente en la mezcla previa de polioliol, y se excluye una sedimentación del fosfato. Por lo tanto los polifosfatos de acuerdo con el invento garantizan el mantenimiento en reserva de mezclas previas de polioliol que contienen fosfato, debido a que no existe durante largo tiempo el peligro de la sedimentación del componente de fosfato.

El objeto del invento debe ser explicado con mayor detalle mediante los siguientes Ejemplos:

EJEMPLO 1

Se determinó la solubilidad en agua de un polifosfato amónico de acuerdo con el invento con un grado de condensación

n de aproximadamente 700, una proporción de m a n igual a 1 y un contenido de P_2O_5 de 72% en peso, y el resultado se puso en comparación con las solubilidades de los polifosfatos amónicos usuales en el comercio siguientes, en los cuales el grado de condensación n se encuentra entre 20 y 400. Los fosfatos conocidos abarcan los siguientes productos:

- 1) VP Kn 504[®] : fabricante Knapsack Aktiengesellschaft, Knapsack bei Köln
- 2) Phos-Check P/30[®] : fabricante Monsanto Company, USA
- 3) Go Cut[®] - 100 : Asahi Chemical Ltd., Japón.

El VP Kn 504[®] está caracterizado por un contenido de fósforo (P_2O_5) de 71-72% y un contenido de N de 14 a 15%. La densidad de este producto es de 1,8 g/cm³ y la temperatura de descomposición se encuentra en 330°C. Una suspensión de 1 g del producto en 100 g de agua posee un valor de pH de 4,5 a 6.

Phos-Check p/30[®] está caracterizado por los siguientes datos físicos:

Contenido de fósforo: 32%;

Densidad: 1,79

Temperatura de descomposición: 375-400

Valor de pH de una dispersión de 10 g/100 g de H₂O : 6,5

Índice de refracción 1,48 - 1,49

Go-Cut[®]-100 contiene 30 - 32% de P y 13 - 15% de N

Otras propiedades de este producto son:

Densidad : 0,4 - 0,8

Temperatura de descomposición: 330 - 450°C.

Índice de refracción: 1,486.

5 Para la determinación de la solubilidad se agitaron 5 g del polifosfato amónico en 100 ml de agua durante 1 hora a 40° C, después de ello la solución fue enfriada rápidamente a la temperatura ambiente y en el transcurso de 75 minutos se separaron por centrifugación las porciones insolubles a esta temperatura. La solución transparente sobrenadante fue separada por decantación y con el fin de separar el polifosfato amónico eventualmente disuelto se puso en ebullición durante corto tiempo. En porciones alícuotas de las soluciones individuales se determinaron la conductividad, la densidad y la porción disuelta del fosfato. Los resultados obtenidos están representados en la Tabla 1.

Tabla 1

Producto	I	II	III
VP Kn 504	1665	1,003	20,9
Phos-Check P/30	1644	1,003	19,5
Go-Cut - 100	2018	1,004	31,8
Producto de acuerdo con el invento	605	1,001	9,3

15

En la Tabla 1 hay los siguientes significados:

20

Columna I : Conductividad eléctrica de la solución (μ S = Micro-Siemens)

Columna II : Densidad de la solución a 20°C (g/ml)

Columna III: Porción de fosfato disuelta a 40°C (% en peso)

5 Tal como puede verse en la Tabla 1, el producto de acuerdo con el invento posee una solubilidad en agua esencialmente menor que la de los productos comparativos.

EJEMPLO 2

Se prepararon dos materiales espumados de poliuretano con la siguiente composición, poseyendo la carga I, en cantidad de agente protector contra la combustión, un polifosfato amónico con un grado de condensación n de aproximadamente 700, mientras que la carga II no contenía nada de agente protector contra la combustión. Las siguientes sustancias fueron mezcladas íntimamente en primer término a la temperatura ambiente:

		Carga	
		I	II
15	Poliesterpoliol (mezcla propoxilada de glicerina/sacarosa con el índice de -OH de 520 mg de KOH/g, un peso molecular de alrededor de 350, y una viscosidad de 6.000 cP.	100 g	100 g
	Agua	1 g	1 g
	Triclorofluorometano	24 g	24 g
20	Trietilamina	3 g	3 g
	Estabilizador de silicona (copolímero de dimetilpolisiloxano-polioxiálcoholéneter)	1 g	1 g
	Polifosfato amónico	10 g	-

En las mezclas preparadas a partir de las precedentes sustancias se incorporaron con vigorosa agitación en cada caso 150 g de metilendifenil-4,4'-diisocianato, y las mezclas de reacción obtenidas fueron vertidas en dos cajas de cartón de 5 litros. Después de 30 segundos de tiempo de crema-
do y 120 segundos de tiempo de subida habían resultado dos bloques rígidos de espuma de poliuretano que se endurecieron totalmente en el espacio de 10 minutos. Los bloques de espuma poseían las propiedades que se representan en la Tabla I.

10

Tabla II

Propiedades	Material espumado	
	I	II
Densidad aparente (g/l)	36	35
Resistencia a la compresión de acuerdo con DIN 53.421 (kp/cm ²)	2,71	2,63
Resistencia a la flexión de acuerdo con DIN 53.423 (kp/cm ²)	2,20	2,27
Resistencia al cizallamiento de acuerdo con DIN 53.422 (kp/cm ²)	1,50	1,54
Estabilidad dimensional (variación de volumen a 70°C/humedad relativa del aire 95% después de 2 semanas) (%)	-6,3	-3,7

20

25

En el ensayo de combustión de acuerdo con ASTM-D 1692 el material espumado I se manifestó como "autoextinguible" después de un tramo de combustión de 26 mm, mientras que el material espumado II se quemó "totalmente".

EJEMPLO 3

Se prepararon 8 muestras de una mezcla homogeneizada a base de los componentes designados en el Ejemplo 2 como carga II, con excepción de triclorofluorometano, y en las muestras 1-4 se incorporaron 10 g de un polifosfato amónico con un grado de condensación n de ~ 800 , o en las muestras 5-8 se incorporaron en cada caso 10 g de Phos-Check P/30[®] con un grado de condensación de ~ 300 . Las muestras fueron almacenadas durante 4 semanas en vasos de vidrio de boca ancha. Después de cada semana se determinó en cada caso en una de las muestras 1-4 o 5-8 el volumen de sedimentación del polifosfato amónico en porcentaje del volumen total, a continuación la muestra fue homogeneizada de nuevo mediante agitación con un agitador de paletas con 150 vueltas por minuto y se midió el tiempo necesario hasta una homogeneización perceptible. Después de ello la muestra fue espumada para formar un material espumado de poliuretano mediante adición de 24 g de triclorofluorometano y 150 g de metilendifenil-4,4'-diisocianato.

Los volúmenes de sedimentación y los tiempos de homogeneización determinados en la serie de ensayos, pueden verse en la Tabla III.

Tabla III

Muestra	1	2	3	4	5	6	7	8
Número de semanas	1	2	3	4	1	2	3	4
Tiempo de homogeneización (segundos)	10	10	15	20	25	40	60	>180
Volumen de sedimentación (%)	0	0	1	6	6	14	12	10

La muestra 8 ya no era homogeneizable después de un tiempo de permanencia de 4 semanas en las condiciones indicadas, ya que el polifosfato amónico sedimentado se había depositado para formar un sedimento intensamente consolidado. En general las muestras 1-4 necesitaron un tiempo de homogeneización más corto que las muestras 5-8, y después de 2 semanas - eran todavía totalmente homogéneas a diferencia de las muestras comparativas.

EJEMPLO 4

Se mezclaron íntimamente los siguientes componentes a la temperatura ambiente:

100 g de poliesterpoliol (poliéster de dietilenglicol-ácido adipico) con el índice de OH de 60 mg de KOH/g, peso molecular aproximadamente 2.000, viscosidad aproximadamente 20.000 cP.

4,7 g de agua

1,0 g de estabilizador de silicona (copolímero de polioxialcoholeno-polidimetilsiloxano)

1,0 g de diclorotetrafluorostileno

0,4 g de dimetilbencilamina

0,15 g de octoato de estaño divalente

7 g de polifosfato amónico con un grado de condensación n de 700

En la mezcla obtenida se incorporaron con agitación rápidamente 51 g de una mezcla de los isómeros 2,4 y 2,6 del -toluiléndiisocianato (proporción de mezcla de los isómeros 80:20). Después de un tiempo de cremado de 33 segundos y un tiempo de -

subida de 116 segundos resultó en una caja de cartón una espuma de poliuretano elástica protegida contra la combustión.

5 En un ensayo comparativo se preparó de manera análoga un material espumado correspondiente, que no contenía nada de agente de protección contra la combustión. Los materiales espumados preparados poseían las propiedades mencionadas en la Tabla IV.

Tabla IV

Propiedades del material espumado	A	B
10 Densidad aparente (g/l)	24	23
Resto de deformación bajo compresión según DIN 53.572 (22 horas/70°C/50% de deformación por compresión) (%)	6,3	5,2
15 Resistencia a la tracción según DIN 53.571 (kp/cm ²)	0,95	1,05
Estabilidad dimensional (variación de volumen a 70°C y con una humedad relativa del aire de 95% después de 2 semanas) (%)	-2,4	+0,4

20 A = con adición de agente protector contra la combustión

B = sin adición de agente protector contra la combustión

En el ensayo de combustión de acuerdo con ASTM-D 1.692 el material espumado A se manifestó como autoextinguible después de un tramo de combustión de 22 mm mientras que el material espumado B se quemó totalmente.

25

El ensayo muestra que mediante la adición del agente protector contra la combustión al material espumado sólo se

modifican de manera insignificante las propiedades del mismo.

EJEMPLO 5

Se prepararon 10 muestras de una mezcla homogeneizada a la temperatura ambiente que constaba de los siguientes -
5 componentes:

100 g de poliesterpoliol (poliéster de dietilenglicol-ácido
adípico) con el índice de OH de 60 mg de KOH/g, peso
molecular aproximadamente 2.000, viscosidad aproxima-
damente 20.000 cP.

10 4,7 g de agua
1,0 g de estabilizador de silicona (copolímero de polioxial-
cohileno-polidimetilsiloxano)
0,4 g de dimetilbencilamina
0,15 g de octoato de estaño divalente

15 En las muestras 1 - 5 se incorporaron en cada caso
7 g de Go-Cut 100[®] con un grado de condensación n de ~ 200 y
en las muestras 6-10 se incorporaron en cada caso 7 g de un po-
lifosfato amónico con un grado de condensación n de ~ 600 . Las
muestras fueron almacenadas durante 5 semanas en vasos de vi-
20 drio de boca ancha. Después de cada semana se determinó en ca-
da caso en una de las muestras 1 - 5 ó 6 - 10 el volumen de la
capa líquida transparente que se formó por encima de la suspen-
sión por sedimentación del polifosfato de amonio y se le puso
25 en relación porcentual con respecto al volumen total de la
muestra. A continuación la muestra fue homogeneizada de nuevo
por agitación con un agitador de paletas a 150 vueltas por mi-

nuto y de este modo se midió el tiempo necesario hasta una homogeneización perceptible. Los resultados de medición obtenidos en cada caso están representados en la Tabla V.

Tabla V

5	Muestra número	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
	Número de semanas	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5
	Tiempo de homogeneización(segundos)	30	55	90	150	210	10	35	45	60	75
	Volumen de la capa líquida transparente (%)	9	14	21	25	30	0	1	4	10	12

10 Tal como lo muestra la Tabla V, las muestras 6-10 de acuerdo con el invento precisan de un tiempo de homogeneización más corto que las muestras comparativas 1-5 y poseen además de ello una menor tendencia a la sedimentación. Estos efectos son todavía más manifiestos tal como se desprende de la siguiente

15 Tabla VI, si las muestras 1-10 se mezclan adicionalmente con 1 g de agua.

Tabla VI

20	Muestra número	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
	Número de semanas	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5
	Tiempo de homogeneización(segundos)	20	50	80	140	195	0	20	30	50	65
	Volumen de la capa líquida transparente (%)	11	18	27	32	36	0	1	2	4	7

Las muestras 1 y 6 de acuerdo con la Tabla V fueron mezcladas con sendas porciones de 1 g de diclorotetrafluoroetileno y las mezclas fueron hechas reaccionar en cada caso con 51 g de una mezcla de los isómeros 2,4 y 2,6 del toluilendiisocianato (proporción de mezcla de los isómeros 80:20). Las propiedades de los materiales espumados obtenidos se diferencian sólo de modo insignificante de las propiedades del material espumado protegido contra la combustión preparado según el Ejemplo 4.

10

EJEMPLO 6

Se prepararon 6 muestras de una mezcla homogeneizada a la temperatura ambiente que constaba de los siguientes componentes.

- 15 100 g de poliéster (trimetilolpropano propoxilado con el índice de hidroxilo de 375 mg de KOH/g, peso molecular aproximadamente 400, viscosidad 650 cP)
- 35 g de triclorofluorometano
- 1,5 g de estabilizador de silicona (copolímero de dimetilpolisiloxano-polioxialcohiléneter)
- 20 0,5 g de trietilendiamina
- 2,0 g de trietilamina

En las muestras 2 - 6 se incorporaron cantidades diversas de un polifosfato amónico con un grado de condensación n de ~ 700 y a continuación todas las muestras se hicieron reaccionar con sendas porciones de 100 g de polimetileno-polifenileno-polisocianato con un contenido de grupos NCO capaces de reac-

25

5 cionar de aproximadamente 32% y una viscosidad a 20°C de 250 cP. Las muestras introducidas en cajas de cartón formaron bloques rígidos de espuma de poliuretano de buena calidad. En el ensayo de combustión, de acuerdo con ASTM D 1692 las muestras individuales de poliuretano manifestaron el comportamiento de combustión que se representa en la Tabla VII.

Tabla VII

Muestra número	1	2	3	4	5	6
10 Cantidad de agente de protección contra la combustión (g)	0	2	6	15	25	40
Clase	c	c	a	a	a	a
Velocidad de combustión (mm/minuto)	236	104	-	-	-	-
Tramo de combustión(mm)	-	-	55	19	11	10

15 c = Combustible
a = Autoextinguible

EJEMPLO 7

20 Se preparó una pasta a base de 40% en peso de polifosfato amónico con un grado de condensación n de ~ 1.000 y 60% en peso de fosfato de tris-(2-cloroetilo). 10 g de esta pasta fueron mezclados con las siguientes sustancias:
100 g de poliéterpoliol (etilendiamina propoxilada con el índice de OH de 480 mg de KOH/g, peso molecular aproximadamente 400, viscosidad (a 25°C) aproximadamente 3.000 cP.

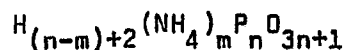
- 2 g de hexametiltriethylentetrámina
- 20 g de triclorofluorometano
- 2 g de agua
- 1 g de estabilizador de silicona (copolímero de dimetilpoli-
siloxano-polioxiálcohiléneter)
- 150 g de metilendifenil-4,4'-diisocianato

La mezcla fue colada en una caja de cartón y proporciónó después de 30 segundos de tiempo de cremado y 112 segundos de tiempo de subida una espuma rígida con una densidad aparente de 32 g/litro de buena calidad. En el ensayo de combustión de acuerdo con ASTM D 1.692 el material espumado se manifestó como autoextinguible después de un tramo de combustión de 21 mm.

N O T A

Se reivindica como nuevo y de propia invención.

1.- Procedimiento para la preparación de poliuretanos o espumas de poliuretano incombustibles que contienen un polifosfato de amonio en calidad de agente de protección contra la combustión así como eventualmente otra sustancia incombustibilizadora, caracterizado porque el polifosfato de amonio corresponde a la fórmula general



en que n significa un valor promedio como número entero de por encima de 400 hasta aproximadamente 1.000 y la proporción de m a n es aproximadamente 1.

2.- Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque n significa un número entero entre aproximadamente 600 y 800.

5

3.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque la proporción del polifosfato de amonio es aproximadamente 0,5 a 20% en peso, especialmente 1 a 10% en peso, referido al peso total del poliuretano.

10

4.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque se hacen reaccionar compuestos polihidroxílicos de alto peso molecular con poliisocianatos en presencia de un catalizador así como de agentes de expansión, sustancias tensioactivas y otros agentes auxiliares de transformación.

15

5.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque en calidad de la otra sustancia incombustibilizadora se utiliza fosfato de tris-(2-cloroetilo).

6.- Procedimiento, según la reivindicación 5, caracterizado porque la proporción del fosfato de tris-(2-cloroetilo) es de aproximadamente 2 a 30% en peso, referido al peso total del poliuretano.

20

7.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque se emplea un polifosfato de amonio que se había obtenido por calentamiento de cantidades aproximadamente equimoleculares de ortofosfato de amonio y pentóxido de fósforo a temperaturas entre 170°C y 350°C en presencia de amoníaco gaseoso con mezclado, amasado y desmenuzamiento constantes y simultáneos del producto de reacción.

25

8.- "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE POLIURETA-

NOS O ESPUMAS DE POLIURETANO INCOMBUSTIBLES".

Tal como se describe y reivindica en la presente Memoria Descriptiva, que consta de veintiuna hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 26 NOV. 1974

CARLOS FERNÁNDEZ CANDELAS
P.P.

