

436186

memoria descriptiva

CU86

CLASE DE REGISTRO	una Patente de Invención, por veinte años en España.
NOMBRE Y NACIONALIDAD DEL SOLICITANTE	KONINKLIJKE EMBALLAGE INDUSTRIE VAN LEER B.V. - sociedad holandesa -
RESIDENCIA Y DOMICILIO	AMSTELVEEN (Holanda) Amsterdamseweg 206.
<input type="checkbox"/> OBJETO	"Procedimiento para preparar espumas incombustibles solidas de aminoformaldehido furfuril-alcohol".
INVENTORES	Per Lind WOLFF, danés, y John Arthur Gooch GENT, inglés.
PRIORIDAD	Solicitud patente inglesa nº 15067/74 del 4 de abril de 1974.

**POOR
QUALITY**

1 El presente invento se refiere a un procedimiento
para preparar espumas sólidas de aminoformaldehído furfuril-
alcohol polimerizando una composición de resina líquida de -
aminoformaldehído conteniendo furfuril-alcohol en presencia
5 de un ácido.

En la patente británica nº 942.845 se explica un -
procedimiento para preparar tales productos expumados sólidos
de aminoformaldehído furfuril-alcohol, en que un furfu--
ril-alcohol conteniendo composición de amino-formaldehído se
10 polimeriza en presencia de un ácido fuerte. Debido a su baja
conductibilidad térmica en combinación con la no inflamabili-
dad, según se determina por ensayos más antiguos contra fue-
go, tales como ASTM 1692, los productos obtenidos de acuerdo
con dicho procedimiento, son apropiados para aislamiento tér-
15 mico. Sin embargo, no pueden considerarse como no inflama- -
bles cuando se ensayan por ensayos de fuego más severos, ta-
les como en NEN 1076, parte C, de ensayo de inflamación pue-
to que no son capaces de pasar por dicho ensayo con una cla-
sificación de la clase 1.

20 Descripción del NEN 1076, parte C ensayo relativo
a la contribución o paso de la deflagración e inflamabilidad.

1. Propósito.

Esta parte comprende el método para la determina--
ción de intensidad de paso de deflagración con el fin de po-
25 der determinar la contribución de materiales a la concurren-
cia de paso de deflagración y su inflamabilidad. Los materia-
les se clasifican de acuerdo con su intensidad de paso de de-
flagración.

30

1
5
10
15
20
25
30

2. Principio.

Para determinar la intensidad de paso de deflagración, dos muestras, que deban ensayarse, se erigen verticalmente y de modo paralelo entre sí en una caja de ensayo. Se expone a tal cantidad de calor que ocurra un paso de deflagración, si es posible, desde una muestra de ensayo a la otra. La cantidad de calor aplicada por segundo y por centímetro cuadrado sobre la superficie de la muestra de ensayo para dar paso de deflagración en exactamente 15 minutos, determina la calificación. Este calor es denominado la intensidad de paso de deflagración y puede considerarse como una medida para la contribución al paso de deflagración y la no inflamabilidad del material en cuestión.

3. Muestras de ensayo

3.1 Dimensiones.

Las muestras de ensayo deberán tener una área de 300 milímetros x 300 milímetros.

El grosor deberá ser el grosor normal del material.

3.2. Número

El número de muestras de ensayo necesario para determinar la intensidad de paso de deflagración es normalmente diez.

4. Preparación de muestras de ensayo

Los materiales deberán ser ofrecidos al ensayo en la condición, en que se usen en la práctica. Antes del ensayo, la humedad de las muestras de ensayo deberá estar en equilibrio con aquella del aire, con una temperatura de 10 a 20°C y una humedad relativa de 55 a 65%. Si las autoridades com

1 petentes lo juzgasen necesario, de unas pocas muestras de en
sayo deberá determinarse la intensidad de paso de deflagra--
ción después de haberse sometido a uno o varios ensayos de -
5 envejecimiento, exposición a agentes atmosféricos u otros en
sayos, debiéndose indicar esto por dichas autoridades.

5. Aparato

10 Para determinar la intensidad de paso de deflagra--
ción se usa un aparato como se ilustra en la fig. 1. El apa--
rato está construido de paneles de amianto teniendo un gro--
sor de 34 milímetros (1). En el centro, un alambre incandes--
cente está enrollado en espiral sobre doce barras de cuarzo
15 (2). Puede conducirse corriente eléctrica a través de estos
alambres. La salida de energía puede expresarse en cal/cm^2 -
seg. y se halla dividiendo la energía suministrada expresada
en calorías por segundo por el área de la sección transver--
sal de la caja de ensayo paralelamente a las muestras de en--
sayo (900 cm^2). El alambre espiral incandescente está hecho
20 de acero al cromo-níquel con un diámetro de 0,6 mm. Cada una
de las muestras de ensayo (14) puede apretarse entre sopor--
tes de acero (3) y un panel suelto de amianto (15) teniendo
un grosor de 34 mm. Sobre estos paneles de amianto están su--
jetas, a lo largo de los lados verticales, dos tiras de amian--
to (12) teniendo un grosor de 10 mm. Así la muestra de ensayo
25 y el panel de amianto están separados por un espacio de aire
de una anchura de 10 mm. Una de las muestras de ensayo es ex--
puesta a 9 llamas de gas, teniendo cada una, una longitud de
20 mm., dirigidas perpendicularmente a la muestra de ensayo,
mientras que la distancia entre las toberas es de 30 mm., te

1 niendo cada tobera un diámetro de 1 mm. (5).

Las toberas en el tubo de suministro de gas (16) es
tán colocadas a una altura de 75 mm. por encima del fondo de
la caja. Por medio de termo-pares sobre dos lugares, la tempe
5 ratura puede ser medida: En el centro de la caja de ensayo -
(6) y enfrente de la muestra de ensayo, que no está expuesta
a los chorros de gas, a una distancia de 5 mm. desde la super
ficie de la muestra de ensayo (7). Otras características de -
la caja de ensayo se ilustran en la fig. 1, tales como agujer
10 ros de ventilación en el fondo (8), un embudo (9), tubos de -
termo-par (10,11), un agujero de observación separado por pan
talla (13) y un alambre incandescente (4) para inflamar el -
gas suministrado.

15 6. Procedimiento

La caja de ensayo cerrada tiene que recalentarse -
por medio de los chorros de gas hasta que la temperatura se -
haya hecho constante en el interior. Esto puede ser controla
do con el termo-par en el centro de la caja. Se sujetará con
ayuda del panel de amianto la muestra, que no debe ser expues
20 ta a los chorros de gas y se colocará la segunda muestra de -
ensayo de tal manera, que ésta cierre parcialmente la caja, -
pero que no toque en los chorros de gas. e sujetará la segun
da muestra con el segundo panel de amianto tan pronto como la
25 temperatura interna haya subido a 60° C. y se conectará un su
ministro de energía eléctrica a los alambres incandescentes -
(2).

Cuando se prueben materiales que desarrollan gases
extintores, (así llamados materiales auto-extintores), el -
30 alambre incandescente eléctrico (consumo de energía 20 vatios)

1 debe conectarse a un suministro de energía para evitar la ex-
tinción de los chorros de gas. Cuando se ensayen materiales,
que se distorsionan o comban, debe sujetarse una red de alam-
bre (tamaño de malla 12 mm., grosor de 0,8 mm.) entre los so-
5 portes de acero (3) y la muestra de ensayo, o bien la mues-
tra debe ser pegada (si fuera posible) sobre un panel de -
amianto teniendo un grosor de por lo menos 3 mm., siendo és-
to para evitar el pandeo.

10 Se determinará el cambio de temperatura del termo-
par, que está colocado frente a la muestra de ensayo no ex-
puesta a los chorros de gas, midiendo la temperatura por lo
menos cada minuto hasta que haya ocurrido paso de deflagra-
ción, o durante un tiempo máximo de 30 minutos medido desde
15 el tiempo, en que se ha sujetado la segunda muestra. Cuando
se ensayan materiales, que se funden y gotean al fondo de la
caja durante el ensayo, tiene que usarse el mismo procedi- -
miento.

20 El paso de deflagración debe establecerse visual-
mente mirando a través del agujero de observación (13) o de-
be deducirse del cambio de temperatura del termo-par frente
a la muestra de ensayo no expuesta a los chorros de gas.

25 Puede suponerse un paso de deflagración si la mues-
tra de ensayo no expuesta a los chorros de gas, está ardien-
do o, si no fuera visualmente aparente la combustión, la tem-
peratura del termo-par respectivo ha debido de subir en el -
plazo de un minuto por 15° C más que en el precedente minuto.

30 Cuando en un suministro de energía de 0,05 cal/cm²
seg. ha ocurrido paso de deflagración dentro del plazo o -

1
5
10
15
20
25
30

exactamente en 15 minutos, el ensayo se ha terminado.
Si el suministro de energía es de más de 0,05 cal/cm² seg. y se ha encontrado un tiempo de paso de deflagración en el primer ensayo de menos o más de 15 minutos, entonces el ensayo debe ser repetido para otras cantidades de energía por centímetro cuadrado hasta que, de 2 ó más pruebas, por interpolación o extrapolación gráfica, pueda deducirse la cantidad exacta de energía, a la que en exactamente 15 minutos ocurrirá paso de deflagración.

7. Clasificación

Los materiales pueden ser clasificados respecto a su intensidad F de paso de deflagración como se ilustra en la siguiente tabla

T A B L A

Clase I	F 0.4 cal/cm ² seg.	El material no contribuye al paso de deflagración
Clase II	0.2 F 0,20 cal/cm ² seg.	El material contribuye ligeramente al paso de deflagración
Clase III	0,05 F 0,20 cal/cm ² seg.	El material contribuye apreciablemente al paso de deflagración
Clase IV	F 0,05 cal/cm ² seg.	El material contribuye fuertemente al paso de deflagración

Ensayando varios materiales de aislamiento térmico comercialmente disponibles, resultó que ninguno de ellos llegó a pasar dicho ensayo de paso de inflamación NEN. Tampoco

1 los materiales no inflamables descritos en la solicitud de pa-
tente británica del solicitante nº 39.707/72, son capaces de
pasar el ensayo de paso de inflamación NEM con una graduación
de clase 1.

5 Se conoce que los compuestos de boro mejoran el ren-
dimiento de varias espumas en ensayos de fuego tales como -
ASTM 1892, ASTM D 653-44, ASTM B 162 de ensayo de panel ra- -
diante o el ensayo de Butler de inflamabilidad de chimenea pa-
ra plásticos celulares. Este último se describe en detalle en
10 el Journal of Cellular Plastics, noviembre de 1.967.

En el Journal de of cellular Plastics, septiembre -
de 1.970 páginas 215 y siguientes, Carlos J. Hilado y otros -
describen el efecto de ácido bórico, anhídrido bórico, borato
sódico, borato de zinc y un número de compuestos orgánicos de
15 boro sobre la inflamabilidad de espumas rígidas de poliureta-
no. Los compuestos de boro se usan en concentraciones de has-
ta 40 partes de peso por cien partes de peso de polímero. Se
encontró que, aunque los compuestos de boro pueden reducir el
régimen y el alcance de combustión, ninguna de las composicio-
20 nes son no inflamables o están libres de paso de inflamación.

En la patente de EE.UU. nº 3.740.358 se describe -
que ácido bórico, óxido bórico y complejos de poliol de boro,
pueden usarse para hacer que la espuma fenólica no sea como
25 yesca.

Las propiedades de yescas de las espumas fenólicas
son las propiedades de continuar en estado incandescente y -
de combustión sin una llama visible, no obstante a la supre-
sión de la fuente de calor exterior. Aunque los compuestos -
30

1 de boro, descritos en la patente de EE.UU. 3.740.358 pueden
hacer que una espuma fenólica no sea como yesca, dicha espu
ma sea todavía combustible y mostrará peso de inflamación
cuando se ensaye en la arriba citada prueba NEN.

5 Puesto que hay una seria demanda de materiales, que
cumplan con los elevados requisitos del arriba mencionado en
sayo NEN y los reglamentos corrientes, así como futuros, en
este campo requieran un material de espuma para uso en edi
10 ficación, que esté libre de paso de inflamación según se de
termina por dicho ensayo NEN y ensayos comparados con el -
mismo, tales como el ensayo de esquina de WILLIAMSON y el -
Factory Mutual Channel Test (ensayo de canal mutuo de facto
ría) es muy interesante encontrar un material, que pase apro
15 bando dicho ensayo. Sorprendentemente se ha encontrado aho
ra que un material, que pasa por dicho ensayo, puede ser ob
tenido polimerizando, en pre encia de un ácido, una composi
ción de resina conteniendo de 15 a 90% de peso de furfural
alcohol libre, alternativamente enlazado, y teniendo una pro
20 porción molar de urea : formaldehido de 1:1 a 1:5, e incor
porando por lo menos 10 partes de peso de un compuesto de -
boro por 100 partes de peso de dicha composición de resina -
para ponerla en una condición para que apruebe el ensayo de
horno de mufla a 500° C según se describe aquí.

25 El ensayo de horno de mufla.

Aparato.

El ensayo de horno de mufla es realizado en un apa
rato consistente en un horno de mufla horizontal de laborato
rio (tipo nº 170 de Heraeus, Alemania) teniendo una profundi
30

1 dad de 300 mm., una anchura de 170 mm., y una altura de 100
mm. Todas las dimensiones medidas en el interior del espacio
del horno. El horno es calentado por medio de elementos ca-
5 lentadores eléctricos teniendo un consumo total de 3.000 va-
tios. La temperatura es controlada por medio de un termosta-
to, capaz de regular la temperatura dentro del horno con una
precisión de aproximadamente 7,5° C en el alcance de 500 a -
550° C.

10 Una criba para montar las muestras durante el ensa-
yo consistente en un marco rectangular plano hecho de tube-
ría de acero inoxidable de 9 mm. Las dimensiones exteriores
del marco son de 160 por 250 mm. Sobre uno de los lados cor-
tos de este marco, está montado un sujetador de muestra cúbica
15 ca, hecho de malla de alambre inoxidable fino. Este sujeta-
dor de malla de alambre tiene la forma de una caja teniendo
dimensiones internas de 32 x 32 x 32 mm. y está abierta ha-
cia arriba y hacia el centro del marco.

20 Desde el fondo del sujetador de muestra sobresale
un pequeño termo-par de hierro constantano protegido por un
tubo de acero inoxidable con un diámetro de 2,5 mm. Cuando
la muestra de espuma, que debe ser ensayada, es colocada en
el sujetador de muestra, este termo-par estará en el centro
de la muestra y registrará la temperatura en el centro de -
25 la muestra.

Otro termo-par está situado justamente al exterior
del centro del lado izquierdo del sujetador de muestra. Este
termo-par está sin proteger y registrará la temperatura del
horno muy cerca de la superficie de la muestra durante el en

1 sayo. Ambos termo-pares están hechos de alambres muy finos -
(máximo 0,25 mm.) para asegurar respuesta rápida durante el en-
sayo.

5 Un tubo de acero inoxidable con taladro de 1,5 mm.
llega hacia arriba desde el marco desde detrás del sujetador
de muestra y el extremo de este tubo está curvado horizontal-
mente sobre el sujetador de muestra de modo que la punta es-
té a 25 mm. desde la parte superior de la muestra. Durante -
el ensayo se alimenta gas natural a través de este tubo pa--
10 ra dar una llama piloto horizontal de 10 mm. de longitud, 25
mm. por encima de la parte superior de la muestra esta llama
inflamará cualquier material inflamable emitido por la mues-
tra durante el ensayo.

15 Los dos termo-pares están conectados a un registra-
dor de dos puntos con una deflexión de escala completa de -
250 mm., una sensibilidad de 2 mV por cm. y una velocidad de
papel de 60 mm/min.

20 También se ha previsto un marcador de acontecimien-
tos, que permite al operador marcar el comienzo y la parada
de cualquier inflamación o combustión que corra durante el -
ensayo.

Calibrado.

25 Antes de cualquier ensayo, el horno debe estar a -
la temperatura de ensayo con la puerta del horno abierta du-
rante por lo menos 6 horas.

30 Un pequeño cubo de 30 x 30 x 30 mm. de lana mine--
ral, densidad 60 kg/m^3 se coloca en el sujetador de muestra.
La criba se empuja dentro del horno de modo que el sujetador

1 de muestra esté en la posición correcta cerca de la pared -
posterior del horno.

La temperatura de los dos termopares ahora se re-
gistra y se hacen correcciones en la temperatura del horno,
5 si fuera necesario. Cuando las condiciones son correctas, -
la temperatura registrada en el centro de la muestra fingi-
da, será igual a dicha temperatura, más menos 6° C.

Después del calibrado, la criba es separada del -
horno y se deja enfriar por debajo de 200° C antes de colo-
10 carse cualquier muestra de ensayo en el sujetador de mues-
tra.

Muestras de ensayo

Las muestras de ensayo deberán tener las dimensio-
nes de 30 x 30 x 30 milímetros.

15 Antes de ensayar, la humedad de las muestras de -
ensayo deberá estar en equilibrio con aquella del aire con
una temperatura de 18-22° C y una humedad relativa de 55 a
65%.

Procedimiento de ensayo

20 La muestra es colocada en el sujetador de muestra
y se presiona hacia abajo hasta que el termo-par esté en el
centro de la muestra. Si fuera necesario, se taladrará anti-
cipadamente un pequeño agujero en la muestra para este ter-
mo-par.

25 Se enciende la llama piloto y la criba se empuja
rápidamente dentro del horno, de modo que la muestra esté -
en la posición correcta cerca de la pared posterior del hor-
no, y se hace una marca sobre el registrador para indicar -

1 el comienzo del ensayo.

La muestra se observa ahora de cerca y se registra con el marcador de acontecimientos cualquier combustión de la muestra o inflamación de productos volátiles alrededor de la muestra.

5 El ensayo se continuá por lo menos durante 5 minutos o para materiales, en que la temperatura en el centro de la muestra suba por encima de la temperatura del horno, hasta que la temperatura del centro esté bajando de nuevo. Se anota la temperatura máxima alcanzada durante el ensayo.

10 Evaluación de los resultados del ensayo.

Una muestra, que no presente ninguna inflamación o combustión, se considera que ha pasado por el ensayo del horno de mufla. Si la temperatura de ensayo es de 500° C o más alta, entonces la muestra debe ser considerada como teniendo un alto grado de no inflamabilidad y puede pasar a los ensayos oficiales tales como el ensayo NEN de paso de inflamación descrito arriba.

20 Se ha encontrado que entre los materiales que pasan por el ensayo de horno de mufla a 500° C puede hacerse otra selección basada en la temperatura máxima registrada durante el ensayo. Aquellos materiales mistrando temperatura máxima más baja, tales como temperaturas por debajo de alrededor de 500° C, generalmente presentan el mejor resultado en otros ensayos de fuego y, por lo tanto, se prefieren particularmente tales materiales.

25 Apropriadas composiciones de resina conteniendo furfural alcohol, son: resinas de urea, formaldehido furfuril alcohol y resinas de urea formaldehido disueltas en furfuril

30

1 alcohol.

5 También pueden usarse prepolímeros de furfúril-alcohol vendidos comercialmente como "resinas de furanol". Son Generalmente de un tipo, en que unidades de monómero de furfúril alcohol han sido enlazadas con pérdida del grupo de alcohol. Contienen un número de anillos de furano por vía de un grupo metileno. La cantidad de prepolímero de furfúril alcohol, que puede tolerarse, dependerá del nivel y del tipo de compuesto de boro usado en la formulación del tipo de resina UFF, así como del grado de polimerización del polímero de furfúril alcohol. Generalmente se prefiere usar menos de cuarenta por ciento de furfúril alcohol en esta forma.

15 La composición de resina preferida es una resina UFF preparada de una mezcla conteniendo urea formaldehído y 15 a 90 partes de peso de furfúril alcohol, entendiendo que la proporción molar entre urea y formaldehído estará en el alcance de 1 : 1 y 1 : 5. Obviamente la urea puede ser reemplazada o combinada con tiourea y/o melamina.

20 Proporciones preferidas entre urea y formaldehído están en el alcance de 1 : 1 a 1,5 : 4 prefiriéndose particularmente las proporciones en el alcance de 1 : 1,5 a 1 : 2,5, como dando equilibrio óptimo entre propiedades de resistencia al fuego y mecánicas. Los contenidos de furfúril-alcohol enlazado y/o libre, están generalmente entre 15 y 90 partes de peso por 100 partes de resina. El alcance preferido está entre 25 y 70% y particularmente preferido en el alcance de 25 a 50% dando el equilibrio óptimo entre características espumantes y resistencia al fuego.

30

1 Se prefiere una composición de resina que, en ausen-
cia de un compuesto de boro, puede convertirse en una espuma
no mostrando sustancialmente ninguna segunda reacción isotér-
mica a 200° C, es decir, una temperatura máxima de alrededor
5 de 225° C cuando se ensaya de acuerdo con el abajo menciona-
do ensayo de segunda exotermia.

 También son muy útiles composiciones de resina que,
en presencia de por lo menos 10 partes de peso de un compues-
to de boro por 100 partes de peso de resina, pueden conver-
10 tirse en una espuma no mostrando sustancialmente ninguna se-
gunda reacción exotérmica a 200° C es decir, una temperatura
máxima de 225° C ensayada de acuerdo con el abajo mencionado
ensayo de segunda exotermia.

15 El ensayo para determinar si la segunda reacción -
exotérmica será desarrollada, se efectúa de la siguiente ma-
nera.

 Una muestra se corta con dimensiones de 6 x 6 x 6
cms. La muestra se coloca en el centro de un horno, cuya tem-
peratura se mantiene a 200° C. Un termo-par se inserta en el
20 centro de la muestra y la temperatura de la espuma se regis-
tra. En espumas teniendo una segunda reacción exotérmica, la
temperatura de la espuma ascendió por encima de 200° C y se
anotará la temperatura máxima.

25 Las formulaciones, que desarrollan exotermias ba-
jas, generalmente requieren menos compuestos de boro para -
quedar libres de paso de inflamación, mientras que las espu-
mas teniendo exotermias más altas, pueden hacerse libres de
paso de inflamación solamente si se usan cantidades más ele-

30

1 vadas o un tipo más eficaz de compuestos de boro.

Los compuestos de boro, que pueden usarse pueden -
ser de naturaleza inorgánica así como orgánica. Acido bórico
y óxido bórico son los compuestos preferidos, pero también -
5 pueden usarse borax, ésteres de ácido bórico, tribomuro de -
boro, tricloruro de boro, nitruro de boro, fosfato de boro, -
eterato de trifluoruro de boro, metanol de trifluoruro de bo
ro y monoetilamina de trifluoruro de boro, así como comple--
10 jos de ácido bórico con compuestos de polihidroxilo y mez- -
clas de compuestos de boro.

En el presente método, pueden usarse variedades de
agentes hinchadores y combinaciones de agentes hinchadores,
por ejemplo, Freon 113, Arcton 11, dimetoxietano, cloruro de
metileno, 1.1.1-tricloroetano p pentano. Se usan generalmen-
15 te en cantidades menores tales como entre 2 y 40 partes por
100 partes de resina.

Son surfactantes apropiados aquellos usados típica
mente en espumas de poliuretano y urea formaldehído, semejan
tes a DC 193 y no siliconas semejantes a LK 221. Los surfac-
20 tantes se usan generalmente en partes menores, tal como -
0,005 a 5 partes por 100 partes de resina dependiendo de la
eficacia del surfactante específico o de las mezclas de sur-
factantes.

Ejemplos típicos de ácidos apropiados son, ácido -
25 orto-fosfórico, ácido polifosfórico y ácido sulfúrico. Gene-
ralmente se usa, si se desea, un oxi-ácido de fósforo en com-
binación con otro ácido, tal como ácido sulfúrico o ácido pa
ra-tolueno sulfónico, pero puede usarse un oxi-ácido de fós-

30

1 foro como el único catalizador ácido. Si se desea, el compues
to ácido puede ser usado en combinación con un alcohol o hi--
droxi-aldehído, como glucosa. Una combinación muy buena es áci
do fosfórico acuoso conteniendo 30-90 partes de peso de H_3PO_4
5 y hasta 50 partes de peso de glucosa. El catalizador se usa -
generalmente en cantidades menores, tales como entre 2 y 20 -
partes sobre 100 partes de resina.

Son alcoholes preferidos, 1.4-butanodiol y propano-
2-ol. Otros alcoholes preferidos son los diglicoles.

10 Se emplean procedimientos convencionales de polime-
rización y espumación al preparar las espumas del presente in-
vento y debe entenderse que el uso de estos procedimientos no
es una característica crítica.

15 En general, sin embargo, la polimerización se reali-
za juntando los materiales de alimentación a temperatura am--
biente o dentro del alcance de 10 a 40° C y se les mezcla inti-
mamente. El mezclado puede hacerse a presión ambiente o a pre-
sión elevada hasta 20 atmósferas o más alta.

20 El agente hinchador u otros aditivos, si se emplean,
pueden añadirse a los materiales de alimentación o como una -
corriente separada durante el mezclado. Los materiales de reac-
ción mezclados entonces se vierten en moldes abiertos o cerra-
dos y se dejan polimerizar al estado sólido final.

25 La polimerización puede iniciarse a temperatura am-
biente y condiciones de presión ambientes, pudiéndose aplicar
alternativamente calor o extraerse el mismo desde el molde pa-
ra iniciar o controlar el régimen inicial de polimerización.

Durante la polimerización, el calor de reacción -

1 aumentará la temperatura de la mezcla y el o los agentes hin
chadores expansionarán el material al estado deseado de espu
ma.

5 La temperatura durante la reacción puede subir has
ta temperaturas entre 40 y 130° C.

10 Después del asentamiento inicial del material de -
espuma la cura puede completarse manteniendo el material a -
una temperatura elevada durante un período de tiempo, que -
puede variar desde 15 minutos a 10 horas, dependiendo de la
reactividad de los materiales de alimentación.

15 Resulta que el completar la reacción de espumación
es esencial para obtener un buen rendimiento en ensayos de -
fuego y dicho completamiento puede conseguirse sólo si la re
sina y el ácido usados son suficientemente compatibles y son
capaces de formar una mezcla íntima durante un largo período
durante la formación de espuma.

20 Si la resina y el ácido tienen insuficiente compa
tibilidad o si durante la cura resultan total o parcialmente
incompatibles y se separan en macrofases, entonces la reac--
ción no llegará a completarse y la espuma tendrá una segunda
reacción exotérmica y mostrará pobre rendimeitno en ensayos
de fuego.

25 La esencia del invento es que una selección muy es
pecial de conocidas composiciones de aminoformaldehido, con
teniendo furfuril-alcohol, se polimeriza en presencia de un
ácido e incorporando un compuesto de boro para llevarlas a -
una condición tal que pasen el descrito ensayo de horno de -
mufia.

30

1 Generalmente la incorporación de ácido bórico pro-
duce una mejora en propiedades no-inflamables de materiales
espumados, pero tal mejora es de un alcance tan limitado que
5 las espumas obtenidas no pasan el ensayo de paso de inflama-
ción NEN 1076. Esto se ilustra en la fig. 4, en que I signi-
fica el nivel de auto-extinción sin adición de ácido bórico,
II es el nivel conseguido incorporando ácido bórico en espu-
mas fenólicas (A), espumas (B) de amino-formaldehído furfu-
10 ril-alcohol, y otras espumas (C). El área del invento se in-
dica por F-F'.

El efecto sorprendente se consigue de acuerdo con
el presente invento según aparece en los ejemplos.

15 Resulta que todas las composiciones, que pasan el
ensayo de paso de inflamación contienen por lo menos 10 par-
tes de peso de un compuesto de boro por 100 partes de peso -
de resina, pero que no todas las composiciones conteniendo -
dicha cantidad aprueban pasando el ensayo de paso de inflama-
ción.

20 Además resulta que todas las composiciones, que pa-
san el ensayo de horno de mufla, pasarán el ensayo de paso -
de inflamación NEN y todas las composiciones, que fallen en
el ensayo de horno de mufla, no pasarán el ensayo de paso de
inflamación NEN.

25 El invento se explica en los ejemplos abajo mencio-
nados, ^{en} que las cantidades de los componentes en las composi-
ciones se indican en partes de peso, si no se usa explícita-
mente otra indicación.

EJEMPLO I

30 Una serie de espumas fue preparada usando las for-

1 mulaciones mencionadas en la tabla 1.1 Las espumas fueron en
 sayadas de acuerdo con el ensayo NEN 1076, parte C. Los re-
 sultados de ensayo se mencionan como el tiempo transcurrido
 antes de que c rra el paso de inflamación con una entrada de
 5 energía de 0,4 cal/cm² seg. El requisito para la clasifica-
 ción en clase 1 en el ensayo es que este tiempo debe exceder
 de 15 minutos. En adición, se mencionan los resultados de en-
 sayos de horno de mufla y ensayos de segunda reacción exotér-
 mica.

- TABLA 1.1 -

Espuma nº	1.1	1.2	1.3	1.4	1.5
1) Resina UFF	60	60	60	100	100
2) Resina de furano	40	40	40		
Surfactante de silicona (DC 193)	1	1	0.8	1	1
Acido bórico	30	30	25	35	35
Bórax	-	-	-	2	3
Agente hinchador (Freon 113)	6	6	6	6	1
3) Fyrepruffe (Prueba de fuego)			25		
Catalizadores:					
Acido ortofosfórico 89%, partes de peso	9.1	7.2	-	9.7	9.4
Acido polifosfórico	-	-	10	-	-
Isopropanol	-	-	6	-	-
1.4 Butanodiol	2.6	-	-	-	-
Metanol	-	2	-	-	-
Agua	2.6	2.0	-	4	5.2
Glucosa	9.7	10.2	-	10.7	10.4

1	Ensayo de horno de mufla 500°C, inflamación +/-	+	+	+	-	-
	2ª exotermia a 200°C	450	227	442	206	206
5	Ensayo NEN 1076 parte E, tiempo para paso de in- flamación (min. seg) a 0,40 cal/cm ² seg)	8,40	13,50 Y 15,30	12,35	13	25
	a, 0,5 cal/cm ² seg.				15	
	a 0,6 cal/cm ² seg.				15	

- 10
- 1) Borden TN1
 - 2) Synphorm P 490
 - 3) Un retardante comercial de fuego conteniendo fosfato de amonio y sulfato de amonio.

15

La espuma 1.1 no pasa el ensayo de horno de mufla, ni el ensayo NEN 1076, aunque contiene 30 partes de ácido bórico. Esto es consistente con la elevada cantidad de resina de furano usada en la preparación de la espuma, lo que hace difícil obtener una cura completa, como es evidente por la alta temperatura alcanzada en el ensayo de segunda exotermia.

20

La espuma 1.2 está hecha con otro catalizador y ahora es mucho más baja la segunda exotermia. Esta espuma muestra una inflamación muy breve en el ensayo de horno de mufla y casi pasa por el ensayo NEN.

25

La espuma 1.3 muestra que el retardante de fuego convencional no puede producir el efecto deseado.

30

Finalmente, las espumas 1.4 y 1.5 muestran el rendimiento superior en el ensayo NEN 1076 de espumas de urea-formaldehído-furfuril-alcohol a las que se ha añadido suficiente ácido bórico para hacerles pasar el ensayo de horno

1 de mufla.

EJEMPLO II

5 Fueron preparados materiales de espuma usando las formulaciones dadas en las tablas 2.1. La mezcla de resina fue bombeada a una cámara mezcladora en la que fue íntimamente mezclada con el catalizador. La mezcla fue vertida en un molde y se dejó expansionar. Las espumas fueron curadas posteriormente a 70°C durante 15 minutos (la espuma 2.1), alternativamente a 60°C durante 2 horas (espumas 2.2-2.5). Se cortaron muestras y se ensayaron en el ensayo de segunda exotermia y en el ensayo de horno de mufla, según se ha descrito - arriba. Finalmente las espumas fueron ensayadas según el ensayo de paso de inflamación NEN 1076, parte C, según se ha -
10 descrito en la memoria.
15

En la tabla 2.2 se indican resultados de ensayo.

- T A B L A - 2.1 -

Espuma nº	2.1	2.2	2.3	2.4	2.5
Borden TM1 a)	57.7	70	70		
20 Borden FRD 511 a)		30	30	100	
Borden FRD 530 a)					100
Resina de furano	34.0				
Furfuril-alcohol	8.3				
Glucosa	40				
25 Acido bórico		20	10		20
DC 193 b)	0.2				1
Pluronic f 88 c)		1	1		
Dowfax a 11 d)				4	
Freon 113 e)	2.5	6	6		4

30

1	Freon 11 e)	4	4		5	
	Dimetoximetano	1.25				
	Diclorometano	1.25				
	Pentano			10		
5	Catalizador:					
	ácido o-fosfórico,					
	45 pct.	6	6		5	
	Acido tetrafosfórico	7.8				
10	Isopropanol	5.8				
	Cloruro amónico, - 26 pct.			4		
	a) Resinas comerciales UFF disponibles de Borden Chemical Co. UK.					
	b) Surfactante de silicona de Dow					
15	c) Surfactante de BASF, Nyandotte					
	d) Surfactante de Dow					
	e) Hidrocarburos halogenados de du Pont					
- T A B L A - 2.2 -						
20	Equma nº	2.1	2.2	2.3	2.4	2.5
	Ensayo de horno de mufla a					
	550°C inflamación/ combustión seg.		16.32	6-118	6.87	10-121
	combustión seg. T. max en °C		570	595	690	600
25	515°C inflamación/ combustión seg.		-	22-120	5-183	14-123
	T max en °C		530	585	690	575
	508°C inflamación) combustión seg.	Inflamación + combustión				
30			-	89-132	19-157	-

1	T max en °C	535	565	630	560
	495°C inflamación/ combustión seg.		99-131		
	T max en °C		570		
5	2ª exotermina a 200°C <u>temperatu</u> ra máxima	435	200	210	
	NEN 1076				
	Rendimiento	Clase 2	Clase 1	Clase 2	Clase 2 Clase 1
10	Tiempo para paso de inflamación a 0.2 cal/cm ² seg.				Más de 16 min.
	0.4 cal/cm ² seg.	6 min. 45 seg.	Más de 16 min.	7 min. 25 seg.	1 min. Más de 16 min.
	0.6 cal/cm ² seg.		Más de 16 min.		4 min. 45 seg.
15	Transmisión de - luz	98	97	96	85 98
	La espuma 2.1 no contiene compuesto de boro y falla tanto en el ensayo de horno de mufla como en el ensayo NEN - 1076.				
20	La espuma 2.2 contiene 20 partes de ácido bórico y pasa en ensayo de horno de mufla, tanto a 525°C como a 508°C y, por lo tanto, también el ensayo NEN 1076 con un rendimiento muy alto.				
25	La espuma 2.3 contiene 10 partes de ácido bórico - que, con esta composición da un fallo, tanto en el ensayo de horno de mufla, como en el ensayo NEN 1076.				
30	De los resultados combinados de estas dos espumas, puede concluirse que sólo se requiere un ligero incremento - en ácido bórico para hacer que la espuma 2.3 pase los ensa-- yos.				

1 La espuma 2.4 está hecha de una composición de resina libre de resina de furano, pero aún entonces el rendimiento de fuego en ausencia de un compuesto de boro es muy pobre.

5 La espuma 2.5 está hecha de otra resina de urea-formaldehído-furfuril-alcohol y contiene 20 partes de ácido bórico. La misma pasa el ensayo de horno de mufla a 503°C y se espera que también el ensayo NEN 1076.

10 Aparece de los resultados, tanto en el ejemplo I, - como en el ejemplo II, que existe una buena correlación entre el ensayo de horno de mufla y el ensayo NEN 1076.

EJEMPLO III

 Un material espumado fue preparado de una mezcla - consistente en los siguientes ingredientes.

15 Resina de urea-formaldehído-furfuril-alcohol, 100 - partes.

 Surfactante de silicona 1.5 partes

 Acido bórico 15 partes

 n-pentano 10 partes

20 Dicha resina de urea-formaldehído-furfuril-alcohol, tuvo una proporción molar media de 1.2.0: 0.67. La viscosidad fue de 5.400 cp. a 25°C.

25 La mezcla fue bombeada a una cámara mezcladora, donde fue mezclada intimamente con 12-13 partes de un catalizador ácido consistente en 50% de ácido fosfórico. La mezcla fue colocada en un modelo regular dentro del moldes calentados de - 85 x 95 x 10 cm. y se dejó subir y curarse. Después de 30 minutos en los moldes los bloques de espuma fueron colocados en un armario calentado a 50°C con aire circulante y se dejaron
30 por la noche curar y secar completamente.

1 Muestras de 6 x 6 x 6 cms. se cortaron y ensayaron en el ensayo de segunda exotermia (s.E.t.) a 200°C según se describe en la especificación de arriba.

5 También fueron ensayadas muestras en el ensayo de horno de mufla a 540°C.

Finalmente la espuma fue ensayada en el ensayo de paso de inflamación NEN 1076, part C., según se describe en la especificación de arriba.

10 Los resultados de ensayo se mencionan en la tabla 3.1.

- T A B L A - 3.1 -

Espuma nº	3.1	3.2
15 Temperatura máxima en ensayo de segunda exotermia a 200°C de temperatura máxima	210	210
Ensayo de horno de mufla a 540°C inflamación	ninguna inflamación.	ninguna inflamación.
20 Temperatura máxima en °C	545	565
Ensayo de paso de inflamación NEN 1076 parte C. Tiempo para inflamar a 0,40 cal/cm ² seg.	Más de 30 min.	Más de 30 min.
Tiempo para inflamar a 0,50 cal/cm ² seg.	6 min. 42 seg.	
25 Tiempo para inflamar a 0,60 cal/cm ² seg.	4 min. 34 seg.	3 min. 53 seg.
Tanto por ciento de transmisión ₂ de luz, a 0,40 cal/cm ² seg.	99	96
Clasificación	Clase 1	Clase 1

1 Las espumas 3.1 y 3.2 son iguales en composición -
aparte de una ligera variación en el contenido de catalizador.
Este ejemplo muestra el uso de una resina de composición que,
con 15 partes de ácido bórico, pasará el ensayo de horno de -
5 mufla a una temperatura de 540°C.

Según se esperaba, las espumas también pasaron el -
ensayo MEN 1076 con buen rendimiento.

EJEMPLO IV

10 Se preparó una serie de espumas usando la siguiente
formulación.

Resina UFF (Borden TM1) x partes

Prepolímero de furfuril-alcohol (Synphorm
P490) y partes

Donde $x + y = 100$

15 Acido bórico z partes

Surfactante de silicona 1 parte

Freon 113 6 partes

Catalizador 53.5 o/o ácido o-fósforico 15 partes

O 59.4 o/o ácido o-fosfórico 12 partes

20 Las espumas fueron ensayadas para una segunda exo--
termia a 200°C y en el horno de mufla a 550°C.

Los resultados se mencionan en las tablas 4.1-4.6.

25 Resultó que en ausencia de prepolímero de furfuril-
alcohol, una adición de 20 partes de peso de ácido bórico ha-
rá que la espuma pase el ensayo de horno de mufla. Según se -
incrementa el contenido de prepolímero de furfuril-alcohol, -
se requieren niveles más altos de ácido bórico para obtener -
el deseado rendimiento de ensayo de horno de mufla MFT.

30 La correlación entre la baja segunda exotermia y -
ningún paso de inflamación es evidente.

30 25 20 15 10 5 1

TABLA 4.1

Acido bórico	5	10	15	20	25	30	40	50	60
Borden TM 1	100	100	100	100	-	100	100	100	100
Symphorm P490	-	-	-	-	-	7	-	-	-
Inflación MFT 550°C	+	+	+	-	-	-	-	-	-
Temp. max. en MFT 550°C	580	580	570	560	-	550	-	-	550
Temp. max. en SET 200°C	220	216	216	213	-	211	-	-	210

TABLA 4.2

Acido bórico	30
Borden TM1	95
Symphorm P490	5
Inflamación MFT 550°C	-
Temp. max. en MFT 550°C	560
Temp. max. en SET 200°C	212

30

25

20

15

10

5

1

TABLA 4.3

Acido bórico

Borden TM1

Sunphorm P490

Inflamación MFT 550°C

Temp. max. en MFT 550°C

Temp. max. en SFT 200°C

60

90

10

-

550

208

30

90

10

-

555

211

25

90

10

-

570

215

20

90

10

+

560

220

TABLA 4.4

Acido bórico

Borden TM 1

Sunphorm P 490

MFT inflamación 550°C

Temp. max. en MFT 550°C

Temp. max. en SFT 200°C

40

80

20

-

560

215

30

80

20

-

565

211

20

80

20

+

590

219

60

80

20

-

560

216

30

25

20

15

10

5

1

TABLA 4.5

Acido bórico

Borden TM1

Symphorm P490

Inflamación MFT 550°C

Temp. max. en MFT 550°C

Temp. max. en SET 200°C

30	40	50	60
70	70	70	70
30	30	30	30
+	+	-	-
600	570	570	570
213	226	220	221

TABLA 4.6

Acido bórico

Borden TM1

Symphorm P490

MFT Inflación 550°C

Temp. max. en MFT 550°C

Temp. max. en SET 200°C

30	50	60	60
60	60	60	60
40	40	40	40
+	+	+	+
610	610	610	615
223	222	222	253

1

EJEMPLO V

5

Se prepararon espumas usando la bien conocida técnica para preparar una espuma de urea-formaldehído a partir de una solución acuosa de una resina comercial de urea-formaldehído (véase la patente de EE.UU. nº 3.006.871). 100 partes de una resina UF (Urecoll 270, BASF) se disolvieron en 100 partes de agua. Las espumas se confeccionaron usando esta solución y las formulaciones abajo indicadas.

- T A B L A - 5.1 -

10

15

Espuma nº	5.1	5.2	5.3	5.4
Urecoll 270/H ₂ O 1:1	200	200	150	300 ¹⁾
Agua	100	100	50	-
Surfactante	3	3	2.5	2
Furfuril-alcohol	50	50	25	25
Acido bórico		30		30
9,7% H ₃ PO ₄ acuoso	50	50	50	20
MFT (550°C) inflamación +/-	+	+	+	+
MFT (550°C) T max °C	660	715	590	670

20

1) 2 partes de Urecoll 270 disueltas en 4 partes de agua.

25

Resulta, que todas las espumas fallan en el MFT (ensayo de horno de mufla) y las altas temperaturas registradas en el ensayo demuestran que no se ha conseguido un suficiente grado de cura, usando esta técnica de preparación de espuma.

30

En tales casos, la adición de ácido bórico no es capaz de suprimir el paso de inflamación de la espuma.

1

EJEMPLO VI

5

Una espuma fue preparada usando una resina comercial de urea-formaldehído (Urecoll 270 BASF) disuelta en furfúril-alcohol. 40 partes de Urecoll 270 se disolvieron en 60 partes de furfúril-alcohol.

10

A 100 partes de esta solución se añadieron
10 partes de agua
1 parte de un surfactante (DC 193)
30 partes de ácido bórico
2 partes de Freon 113 y como catalizador
64 partes de una solución acuosa de $\text{o-H}_3\text{PO}_4$ (59% de peso).

15

Se dejó que la espuma subiese y se curase.
Cuando se ensayó en el ensayo de horno de mufla (550°C) la espuma no se inflamó, la temperatura máxima registrada fue de 575°C.

20

EJEMPLO VII

El siguiente ejemplo se destina a demostrar que la adición de ácido bórico en sí, no es suficiente para hacer que una espuma no sea inflamable, aunque la espuma particular no mostrase segunda exotermia. La espuma también tiene que ser preparada a partir de urea-formaldehído y furfúril-alcohol.

25

Se preparó una espuma de poliuretano haciendo reaccionar 50 partes de un poliéter poliálcool comercial RP 33 de Lancro Chemicals con 70 partes de poliisocianato en presencia de 15 partes de agente hinchador y los usuales aditivos de surfactante y catalizador. La espuma tuvo una densidad de

30

1 35 kg/m³ y no tuvo ninguna segunda exotermia y mostró una vi-
gorosa combustión con pesado humo en el ensayo de horno de -
mufla a 550° C.

5 Una espuma similar fue preparada con la adición de
30 partes de ácido bórico. La espuma tuvo una densidad de -
21,5 kg/m³ no tuvo exotermia y ardió violentamente en el en-
sayo de horno de mufla, tanto a 550 como a 500° C.

EJEMPLO VIII

10 Una resina de urea-formaldehido furfuril-alcohol -
(UFF) se preparó de acuerdo con el ejemplo 1 de la patente -
británica 942.845. De esta resina se prepararon espumas de -
acuerdo con las formulaciones indicadas en las tablas 8.1, -
que también contiene resultados de ensayo.

- T A B L A - 8.1 -

Espuma	8.1	8.2	8.3	8.4
Resina UFF	100	100	100	100
Furfuril alcohol	-	-	-	-
Surfactante DC 193	1	1	1	1
Agua	-	-	-	-
Freon 113	1	1	-	-
Bicarbonato sódico	-	-	6	5
Acido bórico	-	30	-	30
o-H ₃ PO ₄ , solución acuosa al 59%	12	15		
25 c-H ₃ PO ₄ , solución acuosa al 66,5%			22	22
Ensayo de horno de mufla (550°C), inflamación +/-	+	-	+	-
Temperatura máxima °C	640	560	690	575
30 Ensayo de 2ª exotermia (200°C) °C		206	208	204

1 Parece ser que solo espumas conteniendo ácido bórico y no teniendo ninguna segunda exotermia a 200°C pasarán el ensayo de horno de mufla a 550°C.

EJEMPLO IX.

5 Una resina de urea formaldehido furfuril-alcohol (UFF) fue preparada de acuerdo con la patente británica 1.248.756 teniendo una proporción molar de U:F:F = 1:3:0.6. Fueron preparadas espumas usando esta resina en las formulaciones mencionadas en la tabla 9.1 que también contiene resultados de ensayos.

10

- T A B L A - 9.1 -

Espuma nº	9.1	9.2	9.3
Resina UFF	100	100	100
Furfuril alcohol	20	30	40
15 Acido bórico	36	39	42,5
Surfactante (DC 193)	1.2	1.3	1.45
Agente hinchador (freon 113)	1.2	1.3	1.45
o-H ₃ -PO ₄ 89%	9.6	6	6
20 Agua	4.8	3	3
Ensayo de 2ª exotermia a 200° C, Temperatura máxima °C	211	208	211
Ensayo de horno de mufla a 550°C, inflamación +/-	-	-	-
25 Temperatura máximo °C	600	595	605

Todas las espumas estuvieron libres de segunda exotermia y pasaron el ensayo de horno de mufla.

EJEMPLO X

Una resina de urea formaldehido furfuril-alcohol (UFF) fue preparada de acuerdo con la patente británica -

30

1 1.248.756 teniendo una proporción molar U:F:F = 1:3:1. De esta resina se hicieron espumas usando las formulaciones mencionadas en la tabla 10.1. En la tabla se mencionan resultados de ensayos.

5 - T A B L A - 10.1 -

Esputa nº	10.1	10.2	10.3	10.4
Resina UFF	100	100	100	100
Surfactante (DC 193)	1	1	1	1
Freon 113	1	1	1	1
10 Acido bórico	30	10	-	30
Glucosa			20	
Catalizador:				
o-H ₃ PO ₄ , 89% partes de peso	8	8	8	8
15 Agua	4	4	4	4
Glucosa	-	-	-	10
Ensayo de 2ª exotermia (200°C) temperatura máxima (°C)	208	208	225	206
20 Ensayo de horno de mufla (550°C) inflamación +/-	-	+	+	-
Temperatura máxima, °C	585	580	715	600

Las espumas conteniendo 30 partes de ácido bórico y no teniendo segunda exotermia a 200° C, pasan el ensayo de horno de mufla.

25 EJEMPLO XI

Se prepararon espumas usando una resina similar a la usada en el ejemplo X pero teniendo una proporción molar U:F:F = 1:3:2.

La tabla 11.1 contiene las formulaciones usadas y -

1 los resultados de ensayos.

- T A B L A - 11.1 -

	Espuma nº	11.1	11.2
	Resina UFF	100	100
5	Surfactante (DC 193)	1	1
	Agente hinchador (freon 113)	1	1
	Acido bórico	-	30
	Catalizador:		
	o-H ₃ -PO ₄ , 89%, partes de peso	8	8
10	Agua	4	4
	Glucosa		10
	Ensayo de 2ª exotermia (200°C) °C	219	210
	Ensayo de horno de mufla 550°C,		
15	inflamación +/-	+	-
	Temperatura máxima, °C	555	560

EJEMPLO XII

Preparación de complejo de glioxal-ácido bórico:

193.5 gr. de glioxal acuoso a 30% de peso (1 mol)
20 se mezcló con
61.8 gr. de ácido bórico (1 mol) y se calentó a -
85-90°C durante una hora y se enfrió a temperatura ambiente.
Se formó precipitado blanco, que fue filtrado, la
vado y secado. El rendimiento fue de 68.3 gr.

25 Cuatro espumas fueron preparadas usando la siguiente
formulación:

100 partes de resina de urea formaldehído furfuril
alcohol con una proporción molar media de 1 a 1.8 hasta 0.6.

30 1.5 partes de surfactante de silicona (Dow Corning

1 193).

10 partes de n-pentano.

25 partes de compuesto de boro, y

5 12-17 partes de catalizador conteniendo ácido fos-
fórico al 50%.

El tipo de compuesto de boro y los resultados de -
ensayos se ilustran en la tabla 12.1.

- T A B L A - 12.1 -

Espuma nº	12.1	12.2	12.3	12.4
10 Trimetoxilboroxina	25			
Tetraborato de sodio		12.5		
Acido bórico		12.5		
Complejo de glioxal/ácido bórico			25	
15 Segunda exotermia a 200°C	205	215	205	212
Ensayo de horno de mufla 550°C, inflamación +/-	-	-	-	+
Temperatura máxima durante 540 ensayo en °C	540	515	505	532

20 La espuma 12.4, que no contiene compuesto de boro,
está incluido como un control. La misma se inflama y arde en
el ensayo de horno de mufla y no pasará el ensayo NEN 1076.
Las otras espumas no muestran combustión en el horno de mu-
fla y pasarán el ensayo NEN 1076.

EJEMPLO XIII

25 Se prepararon espumas usando una resina similar a
la empleada en el ejemplo X, pero teniendo una proporción mo-
lar U:F:F = 1:3:6.

La tabla 13.1 contiene las formulaciones usadas y
los resultados de ensayos.

30

1

- T A B L A - 13.1 -

	Espuma nº	13.1	13.2
	Resina UFF	100	100
5	Surfactante (DC 193)	1	1
	Freon 113	1	1
	Acido bórico	-	30
	Glucosa	20	
	Catalizador:		
10	$\text{o-H}_3\text{PO}_4$, 89% partes de peso	8	9
	Agua	4	4
	Glucosa, disuelta		10
	Ensayo de 2ª exotermia (200°C) °C	223	210
15	Ensayo de horno de mufla a - 550°C inflamación +/-	+	-
	Temperatura máxima, °C	740	580

EJEMPLO XIV

Una serie de espumas se obtuvo haciendo reaccionar 100 partes de una resina comercial de ureaformaldehido furfuril-alcohol (Borden TM1) con una parte de un surfactante (DC 193) y 6 partes de un agente hinchador (1.1.1-tricloroetano : dicloroetano 1:2) en presencia de 10 partes de un catalizador consistente en un ácido orto-fosfórico (peso específico 1.5). En adición, las formulaciones contienen relleno y/o agua, según se indica en la tabla 14.1.

En las espumas 11-17 las 10 partes de $\text{o-H}_3\text{PO}_4$ (peso específico 1.5) fueron remplazadas por 9 partes de H_2SO_4 (6 n).

30

1

- T A B L A 14.1 -

Espuma nº	14.1	14.2	14.3	14.4	14.5	14.6	14.7	14.8
Acido bórico	30	-	-	-	20	-	-	10
Glucosa	-	-	30	20	-	-	10	-
5 Talco	-	30	-	-	-	20	-	-
Agua	-	-	-	-	-	-	-	-
Ensayo de - horno de mu- fla 550°C in flamación +/-	-	+	+	+	+	+	+	+
10 Temperatura má- xima °C	555	675	700	670	550	670	665	625
Espuma nº	14.9	14.10	14.11	14.12	14.13	14.14	14.15/14.16 14/17	14.16 14/17
Acido bórico	-	30	30	30	30	-	-	30
Glucosa	-	-	-	-	-	30	-	-
15 Talco	10	-	-	-	-	-	30	-
Agua	-	4	6	8	2	4	4	-
Ensayo de - horno de mu- fla 350°C - inflamación +/-	+	-	-	-	-	+	+	+
20 Temperatura máxima °C	635	585	560	570	560	700	690	700

Resulta que espumas conteniendo 30 partes de ácido bórico pasan el ensayo de horno de mufla.

- N O T A -
=====

25

La presente patente de invención comprende las siguientes reivindicaciones:

1.- Procedimiento para preparar espumas incombustibles sólidas de amino-formaldehído furfúril-alcohol polimerizando un furfúril-alcohol conteniendo composición de resina -

30

1 líquida de amino formaldehído en presencia de un ácido, carac-
terizado porque se usa como material de partida una composi--
ción de resina conteniendo 15-90% de peso de furfúril-alcohol
5 libre, alternativamente enlazado y teniendo una proporción mo-
lar de urea : formaldehído de 1:1 a 1:5 y por lo menos 10 par-
tes de peso de un compuesto de boro por 100 partes de peso -
de dicha composición de resina líquida, estando presente el -
compuesto de boro en una cantidad suficiente, de modo que el
10 producto de espuma pase el ensayo de horno de mufla a 500°C.

15 2.- Procedimiento según la reivindicación 1 caracte-
rizada porque se usa una composición de resina que, en ausen-
cia de un compuesto de boro, puede convertirse en una espuma,
no mostrando segunda exotermia a 200°C, cuando se ensaye como
se expone aquí.

20 3.- Procedimiento según la reivindicación 1 caracte-
rizada porque se usa una composición de resina que, en presen-
cia de por lo menos 10 partes de peso de un compuesto de boro
por 100 partes de peso de resina, puede convertirse en una es-
25 puma no mostrando segunda exotermia a 200° C cuando se ensaya
según se expone aquí.

4.- Procedimiento según la reivindicación 1 caracte-
rizado porque se usa una composición de resina conteniendo de
25 a 70% de peso de furfúril-alcohol libre, alternativamente
enlazado y una proporción molar de urea : formaldehído de -
25 1 : 1.5 a 1 : 4.

5.- Procedimiento según la reivindicación 1 caracte-
rizado porque se usa una composición de resina conteniendo de
25 a 50% de peso de furfúril-alcohol libre, alternativamente
30 enlazado, y una proporción molar urea : formaldehído de 1: 1.5

1 a 1 : 2.5.

5 6.- Procedimiento según la reivindicación 1 caracterizado porque se usa una composición de resina conteniendo de 30 a 40% de peso de furfúril-alcohol libre, alternativa--
mente enlazado y una proporción molar urea : formaldehído de 1 : 1.7 a 1 : 2.7.

7.- Procedimiento según la reivindicación 1 caracterizado porque se usa ácido bórico como compuesto de boro.

10 8.- Procedimiento según la reivindicación 1 caracterizado porque se usan de 10 a 60 partes de peso de un compuesto de boro por 100 partes de peso de resina.

9.- Procedimiento para preparar espumas incombustibles sólidas de aminoformaldehído furfúril-alcohol.

15 Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva.

Consta la presente memoria de cuarenta hojas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

MADRID

ABR 1975

CARLOS ROEB
P. P.

20

Fdo.: Pedro Matamorán

25

30

FIG. 1

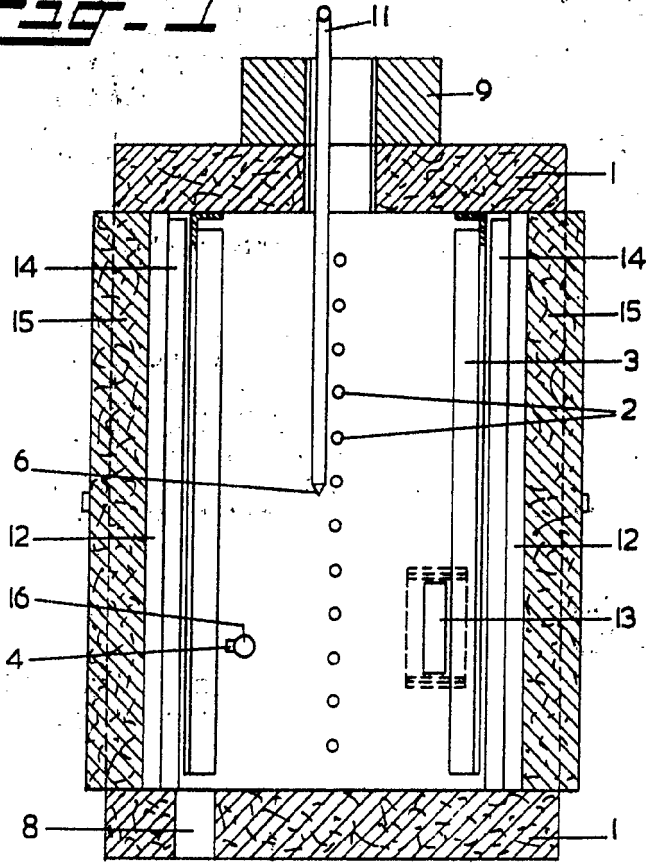
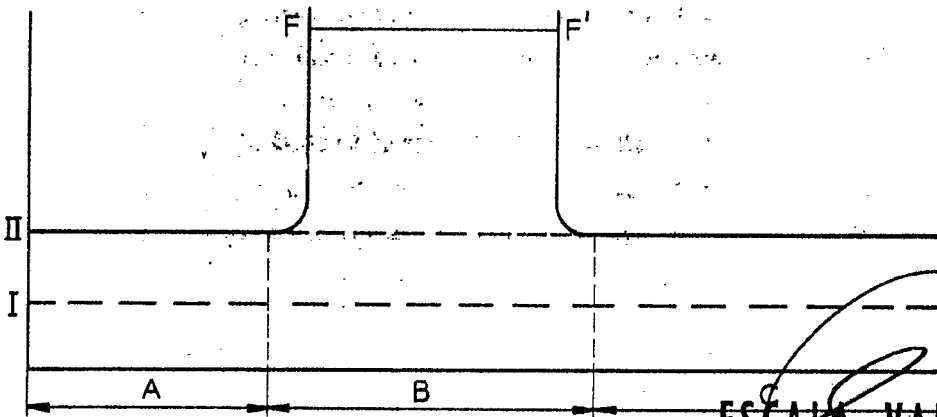


FIG. 4



ESCALA VARIABLE
CA LOS ROS
P. P.
Edo.: Pedro Matamorán

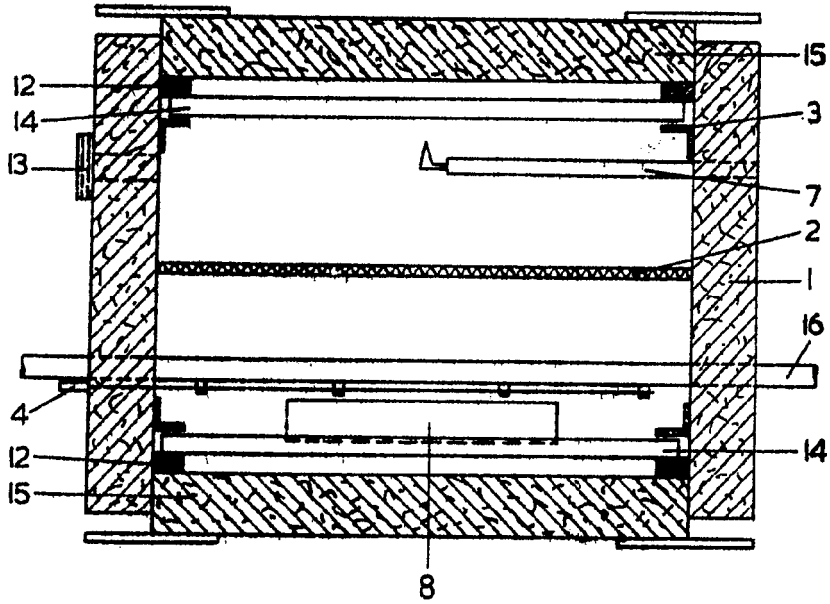
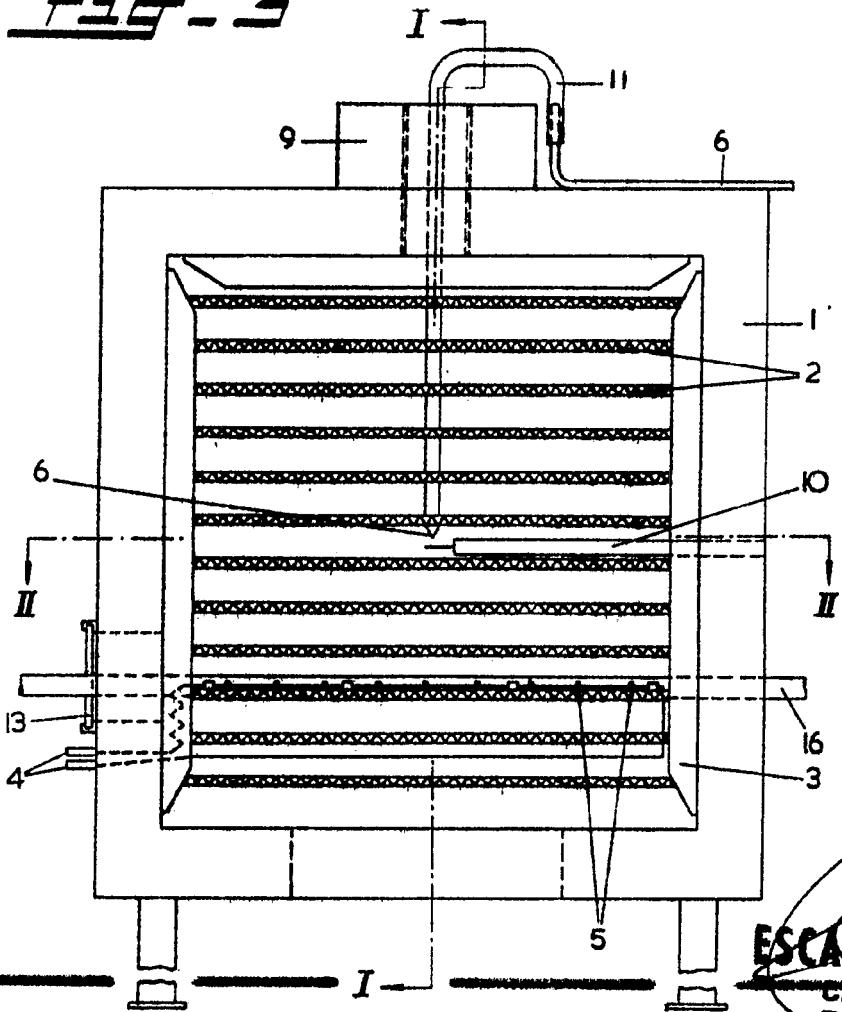


FIG. 2

FIG. 3



ESCALA VARIABLE
CARLOS ROJAS
P. F.
Fide: Pedro Matamorón