

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 433 722**

51 Int. Cl.:

C08J 9/14 (2006.01)

C08L 75/06 (2006.01)

C08G 18/42 (2006.01)

C08G 18/40 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **17.07.2008 E 08796216 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **21.08.2013 EP 2170980**

54 Título: **Composiciones y uso de una composición formadora de espuma cis-1,1,1,4,4,4-hexafluoro-2-buteno en la preparación de espumas a base de poliisocianato**

30 Prioridad:

20.07.2007 US 961356 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

12.12.2013

73 Titular/es:

**E. I. DU PONT DE NEMOURS AND COMPANY
(100.0%)
1007 MARKET STREET
WILMINGTON, DE 19898, US**

72 Inventor/es:

**LOH, GARY y
CREAZZO, JOSEPH, ANTHONY**

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 433 722 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Composiciones y uso de una composición formadora de espuma cis-1,1,1,4,4,4-hexafluoro-2-buteno en la preparación de espumas a base de poliisocianato

Campo de la invención

5 La descripción en la presente memoria se refiere a composiciones formadoras de espuma que comprenden un agente espumante de fluoroolefina y a compuestos que contienen hidrógeno activo, y al uso de dichas composiciones para producir espumas de poliuretano y poliisocianurato. Más particularmente, la descripción en la presente memoria se refiere a composiciones formadoras de espuma que comprenden cis-1,1,1,4,4,4-hexafluoro-2-buteno y compuestos que contienen hidrógeno activo muy poco compatibles y altamente compatibles que tienen dos o más hidrógenos activos, y al uso de dichas composiciones para producir espumas de poliuretano y poliisocianurato.

Antecedentes de la invención

15 Las espumas a base de poliisocianato de celdilla cerrada se usan ampliamente con fines de aislamiento, por ejemplo, en la construcción y en la fabricación de aparatos eléctricos energéticamente eficientes. En la industria de la construcción, se usan tableros de madera de poliuretano/poliisocianurato en techados y revestimientos por sus capacidades de aislamiento y transporte de carga. Las espumas de poliuretano derramadas y atomizadas se usan ampliamente para una variedad de aplicaciones que incluyen aislar techos, aislar grandes estructuras tales como tanques de almacenamiento, y aislar electrodomésticos tales como refrigeradores y congeladores, aislar camiones y automotores refrigerados, etc.

20 Todos estos diversos tipos de espumas de poliuretano/poliisocianurato requieren agentes de soplado para su fabricación. Las espumas aislantes dependen del uso de agentes de soplado de halocarburo, no solo para espumar el polímero sino principalmente para su baja conductividad térmica de vapor, una característica muy importante para el valor de aislamiento. Históricamente, las espumas de poliuretano usaban CFCs (clorofluorocarburos, por ejemplo CFC-11, triclorofluorometano) y HCFCs (hidroclorofluorocarburos, por ejemplo HCFC-141b, 1,1-dicloro-1-fluoroetano) como el agente CFC principal. Sin embargo, debido a la implicación de las moléculas que contienen cloro tales como CFC y HCFC en la destrucción de ozono estratosférico, el protocolo de Montreal ha limitado la producción y el uso de CFC y HCFC. Más recientemente, los hidrofluorocarburos (HFCs), que no contribuyen a la destrucción de ozono estratosférico, se han empleado como agentes de soplado para espumas de poliuretano. Un ejemplo de un HFC empleado en esta aplicación es HFC-245fa (1,1,1,3,3-pentafluoropropano). Los HFCs no contribuyen a la destrucción de ozono estratosférico, pero son una preocupación debido a su contribución al "efecto invernadero", es decir, contribuyen al calentamiento global. Como resultado de su contribución al calentamiento global, los HFC se siguen estudiando, y su uso generalizado también puede estar limitado en el futuro.

35 Los hidrocarburos también se han propuesto como agentes de soplado. Sin embargo, estos compuestos son inflamables, y muchos son fotoquímicamente reactivos, y como resultado contribuyen a la producción del ozono troposférico, es decir, niebla contaminada. Tales compuestos se denominan típicamente compuestos orgánicos volátiles (VOCs), y están sujetos a regulaciones ambientales.

40 Existe una necesidad de producir espumas que proporcionen baja inflamabilidad, buen aislamiento térmico y alta estabilidad dimensional usando un agente de soplado que no tenga sustancialmente ningún potencial de agotamiento de ozono (ODP) y poco o ningún potencial de calentamiento global (GWP). Cis-1,1,1,4,4,4-hexafluoro-2-buteno es uno de los buenos candidatos.

La patente japonesa N° 05179043 describe el uso de cis-1,1,1,4,4,4-hexafluoro-2-buteno como el agente de soplado junto con polioles de poliéter altamente compatibles para formar espumas de poliuretano.

45 Existe una necesidad de producir espumas de poliuretano/poliisocianurato usando cis-1,1,1,4,4,4-hexafluoro-2-buteno como el agente de soplado junto con compuestos que contienen hidrógeno activo muy poco compatibles que tengan dos o más hidrógenos activos.

Compendio de la invención

Esta descripción proporciona una composición formadora de espuma que comprende cis-1,1,1,4,4,4-hexafluoro-2-buteno y un polioliol de poliéster muy poco compatible y un compuesto que contiene hidrógeno activo altamente compatible que tiene dos o más hidrógenos activos.

50 Esta descripción también proporciona una espuma de polímero de poliuretano o poliisocianurato de celdilla cerrada preparada a partir de la reacción de cantidades eficaces de la composición formadora de espuma y un poliisocianato adecuado.

Esta descripción también proporciona un método para producir una espuma de polímero de poliuretano o poliisocianurato de celdilla cerrada. El método comprende hacer reaccionar una cantidad eficaz de la composición

formadora de espuma y un poliisocianato adecuado.

Descripción detallada

La composición de esta descripción es una composición formadora de espuma que comprende cis-1,1,1,4,4,4-hexafluoro-2-buteno y un poliol de poliéster muy poco compatible y un compuesto que contiene hidrógeno activo altamente compatible que tiene dos o más hidrógenos activos, en la forma de grupos hidroxilo. En esta descripción, cis-1,1,1,4,4,4-hexafluoro-2-buteno se usa como un agente de soplado.

Cis-1,1,1,4,4,4-hexafluoro-2-buteno es un compuesto conocido, y su método de preparación se ha descrito, por ejemplo, en la solicitud de patente de EE.UU. publicada N° 2008/0269532.

"Muy poco compatible", se refiere a un compuesto que contiene hidrógeno activo donde la solubilidad de cis-1,1,1,4,4,4-hexafluoro-2-buteno no excede el 25 % en peso a 25±2°C.

"Altamente compatible", se refiere a un compuesto que contiene hidrógeno activo donde la solubilidad de cis-1,1,1,4,4,4-hexafluoro-2-buteno es mayor que 40 % en peso a 25±2°C.

"Tiempo de crema", se refiere al período de tiempo que comienza desde la mezcla del compuesto que contiene hidrógeno activo con poliisocianato, y termina cuando comienza a ocurrir la espumación y el color de la mezcla comienza a cambiar.

"Tiempo de crecida", se refiere al período de tiempo que comienza desde la mezcla del compuesto que contiene hidrógeno activo con poliisocianato, y termina cuando se detiene la crecida de la espuma.

"Tiempo libre de pegajosidad", se refiere al período de tiempo que comienza desde la mezcla del compuesto que contiene hidrógeno activo con poliisocianato, y termina cuando la superficie de la espuma ya no es pegajosa.

"Valor R inicial", se refiere al valor de aislamiento de la espuma del polímero (resistencia térmica) medido a una temperatura promedio de 75 °F (24 °C) dentro de un período de 24 horas después de que se forme la espuma y esté libre de pegajosidad.

Los compuestos que contienen hidrógeno activo de esta invención pueden comprender compuestos que tienen dos o más grupos que contienen un átomo de hidrógeno activo reactivo con un grupo isocianato, tal como se describe en la patente de EE.UU. N° 4.394.491. Los ejemplos de dichos compuestos tienen al menos dos grupos hidroxilo por molécula, y comprenden más específicamente polioles, tales como polioles de poliéter o poliéster. Los ejemplos de tales polioles son los que tienen un peso equivalente de aproximadamente 50 a aproximadamente 700, normalmente de aproximadamente 70 a aproximadamente 300, más típicamente de aproximadamente 90 a aproximadamente 270, y portan al menos 2 grupos hidroxilo, normalmente 3 a 8 de tales grupos.

Los ejemplos de polioles adecuados comprenden polioles de poliéster tales como polioles de poliéster aromáticos, por ej., los obtenidos mediante transesterificación de residuos de tereftalato de polietileno (PET) con un glicol tal como un dietilenglicol obtenidos mediante reacción de anhídrido ftálico con un glicol. Los polioles de poliéster resultantes se pueden hacer reaccionar adicionalmente con un óxido de etileno y/o propileno para formar un poliol de poliéster ampliado que contiene grupos alquilenoxi internos adicionales.

Los ejemplos de polioles adecuados también comprenden polioles de poliéter tales como óxidos de polietileno, óxidos de polipropileno, óxidos de polietileno-propileno mezclados con grupos hidroxilo terminales, entre otros. Se pueden preparar otros polioles adecuados haciendo reaccionar óxido de etileno y/o de propileno con un iniciador que tiene 2 a 16, generalmente 3 a 8 grupos hidroxilo presentes, por ejemplo, en glicerol, pentaeritritol e hidratos de carbono tales como sorbitol, glucosa, sacarosa y compuestos polihidroxi similares. Los polioles de poliéter adecuados también pueden incluir polioles a base de amina alifáticos o aromáticos.

La presente invención también se refiere a procesos para producir una espuma de polímero de poliuretano o poliisocianurato de celdilla cerrada haciendo reaccionar una cantidad eficaz de las composiciones formadoras de espuma con un poliisocianato adecuado.

Típicamente, antes de hacerlos reaccionar con un poliisocianato adecuado, los compuestos que contienen hidrógeno activo descritos anteriormente y opcionalmente otros aditivos se mezclan con el agente espumante cis-1,1,1,4,4,4-hexafluoro-2-buteno para formar una composición formadora de espuma. Dicha composición formadora de espuma se conoce típicamente en la técnica como una premezcla reactiva al isocianato o composición de lado B. La composición formadora de espuma de esta invención se puede preparar de cualquier forma conveniente por un experto en la técnica, que incluye simplemente pesar las cantidades deseadas de cada componente y, luego, combinarlas en un recipiente apropiado a temperaturas y presiones apropiadas.

Cuando se preparan espumas a base de poliisocianato, el reactivo de poliisocianato se selecciona normalmente en una proporción con relación a la del compuesto que contiene hidrógeno activo tal que la relación entre los equivalentes de los grupos isocianato y los grupos de hidrógeno activo, es decir, el índice de espuma, sea de aproximadamente 0,9 a aproximadamente 10 y en la mayoría de los casos de aproximadamente 1 a

aproximadamente 4.

Mientras que se puede emplear cualquier poliisocianato adecuado en el presente proceso, los ejemplos de poliisocianatos adecuados útiles para fabricar espuma a base de poliisocianato comprenden al menos uno de poliisocianatos aromáticos, alifáticos y cicloalifáticos, entre otros. Los miembros representativos de estos compuestos comprenden diisocianatos tales como diisocianato de meta- o para-fenileno, tolueno-2,4-diisocianato, tolueno-2,6-diisocianato, hexametileno-1,6-diisocianato, tetrametileno-1,4-diisocianato, ciclohexano-1,4-diisocianato, diisocianato de hexahidrotolueno (e isómeros), naftileno-1,5-diisocianato, 1-metilfenil-2,4-fenildiisocianato, difenilmetano-4,4-diisocianato, difenilmetano-2,4-diisocianato, 4,4 -bifenilendiisocianato y 3,3-dimetoxi-4,4-bifenilendiisocianato y 3,3-dimetildifenil-propano-4,4-diisocianato; triisocianatos tales como tolueno-2,4,6-triisocianato y poliisocianatos tales como 4,4 -dimetildifenilmetano-2,2,5,5-tetraisocianato y los diversos polimetileno-poli-fenil-poliisocianatos, mezclas de estos, entre otros.

También se puede usar un poliisocianato bruto en la práctica de esta invención, tal como el diisocianato de tolueno bruto obtenido por la fosgenación de una mezcla que comprende diaminas de tolueno, o el diisocianato de difenilmetano bruto obtenido por la fosgenación de difenilmetanodiamina bruta. Los ejemplos específicos de tales compuestos comprenden polifenilpoliisocianatos con enlace puente con metileno, debido a su capacidad de reticular el poliuretano.

A menudo se desea emplear cantidades menores de aditivos al preparar espumas a base de poliisocianato. Estos aditivos comprenden uno o más miembros del grupo que consiste en catalizadores, tensioactivos, retardadores de flama, conservantes, colorantes, antioxidantes, agentes de refuerzo, cargas, agentes antiestáticos, entre otros conocidos en esta técnica.

Dependiendo de la composición, se puede emplear un tensioactivo para estabilizar la mezcla de reacción espumante durante el curado. Tales tensioactivos normalmente comprenden un compuesto de organosilicona líquido o sólido. Los tensioactivos se emplean en cantidades suficientes para estabilizar la mezcla de reacción espumante frente al desmoronamiento y para evitar la formación de celdillas grandes y no uniformes. En una realización de esta invención, se usa de aproximadamente 0,1% a aproximadamente 5% en peso de tensioactivo basado en el peso total de todos los ingredientes espumantes (es decir, agentes de soplado + compuestos que contienen hidrógeno activo + poliisocianatos + aditivos). En otra realización de esta invención, se usa de aproximadamente 1,5% a aproximadamente 3% en peso de tensioactivo basado en el peso total de todos los ingredientes espumantes.

También se puede emplear uno o más catalizadores para la reacción de los compuestos que contienen hidrógeno activo, por ej., polioles, con el poliisocianato. Mientras se puede emplear cualquier catalizador de uretano adecuado, el catalizador específico comprende compuestos de amina terciaria y compuestos organometálicos. Los ejemplos de tales catalizadores se describen, por ejemplo, en la patente de EE.UU. N° 5,164,419. Por ejemplo, también se puede emplear opcionalmente en la presente memoria un catalizador para la trimerización de poliisocianatos, tal como un alcóxido de metal alcalino, carboxilato de metal alcalino, o compuesto de amina cuaternaria. Tales catalizadores se usan en una cantidad que aumenta perceptiblemente la velocidad de reacción del poliisocianato. Las cantidades típicas de catalizadores son de aproximadamente 0,1 % a aproximadamente 5% en peso basado en el peso total de todos los ingredientes espumantes.

En el proceso de la invención para fabricar una espuma a base de poliisocianato, se ponen en contacto el compuesto de hidrógeno activo (por ej., polioliol), poliisocianato y otros componentes, se mezclan minuciosamente, y se dejan expandir y curar en un polímero celular. El aparato de mezcla no es crítico, y se usan varios tipos convencionales de cabezas mezcladoras y aparatos de pulverización. Aparatos convencionales se refieren a aparatos, equipos, y procedimientos empleados convencionalmente en la preparación de espumas a base de isocianato donde se emplean los agentes de soplado de espuma a base de isocianato convencionales, tal como fluorotriclorometano (CCl₃F, CFC-11). Tales aparatos convencionales son descritos por: H. Boden et al. en el capítulo 4 de Polyurethane Handbook, editado por G. Oertel, Hanser Publishers, Nueva York, 1985; un trabajo de H. Grunbauer et al. titulado "Fine Celled CFC-Free Rigid Foam - New Machinery with Low Boiling Blowing Agents" publicado en Polyurethanes 92 de Proceedings of the SPI 34th Annual Technical/Marketing Conference, 21 de octubre-24 de octubre de 1992, Nueva Orleans, Louisiana; y un trabajo de M. Taverna et al. titulado "Soluble or Insoluble Alternative Blowing Agents? Processing Technologies for Both Alternatives, Presented by the Equipment Manufacturer", publicado en Polyurethanes World Congress 1991 de Proceedings of the SPI/ISOPA 24-26 de setiembre de 1991, Acropolis, Niza, Francia.

En una realización de esta invención, se prepara una premezcla de determinadas materias primas antes de hacer reaccionar el poliisocianato y componentes que contienen hidrógeno activo. Por ejemplo, a menudo es útil mezclar el o los polioles, el agente de soplado, el o los tensioactivos, el o los catalizadores y otros ingredientes espumantes, salvo poliisocianatos, y luego poner en contacto esta mezcla con el poliisocianato. De manera alternativa, todos los ingredientes espumantes se pueden introducir individualmente a la zona de mezclado donde se ponen en contacto el poliisocianato y el o los polioles. También es posible hacer reaccionar previamente todos o una parte del o los polioles con el poliisocianato para formar un prepolímero.

La composición y los procesos de la invención son aplicables a la producción de todo tipo de espumas de

poliuretano expandido, que incluyen, por ejemplo, piel integral, RIM y espumas flexibles, y en particular espumas de polímero de celdilla cerrada rígidas útiles en el aislamiento de pulverización, como espumas de aplicación de vertido in situ, o como materiales laminares y tableros de aislamiento rígidos.

5 La presente invención también se refiere a espumas de polímero de poliuretano o poliisocianurato de celdilla cerrada preparadas a partir de la reacción de cantidades eficaces de la composición formadora de espuma de esta descripción y un poliisocianato adecuado.

Ejemplos

10 La presente descripción se define adicionalmente en los siguientes Ejemplos. Se entenderá que estos Ejemplos, aunque indican las realizaciones preferidas, se dan con fines ilustrativos. A partir de la discusión y anterior y estos Ejemplos, un experto en la técnica puede determinar las características preferidas, y sin alejarse del espíritu y alcance de las mismas, puede realizar diversos cambios y modificaciones para adaptarlos a varios usos y condiciones.

15 Polioliol A es un polioliol de poliéster aromático (Stepanpol PS2502-A) adquirido de STEPAN Inc. en 22W Frontage Road, Northfield, IL 60093. El Polioliol A tiene una viscosidad de 3.000 centipoise (3000 mPa.s) a 25 °C. El contenido de los grupos hidroxilo en Polioliol A es equivalente a 240 mg de KOH por gramo de Polioliol A.

Polioliol B es un polioliol de poliéter iniciado con sacarosa/glicerina (Voranol 360) adquirido de Dow Chemicals Inc. en Midland, MI, 49641-1206. El Polioliol B tiene una viscosidad de 3.600 centipoise (3600 mPa.s) a 25 °C. El contenido de los grupos hidroxilo en Polioliol B es equivalente a 360 mg de KOH por gramo de Polioliol B.

20 El tensioactivo de tipo sílice es un polisiloxano (Dabco DC193) adquirido de Air Products Inc. en 7201 Hamilton Blvd, Allentown PA 18195.

El catalizador de potasio (Potassium HEX-CEM 977) contiene 25 % en peso de dietilenglicol y 75 % en peso de 2-etilhexanoato de potasio, y se adquiere de OMG Americas Inc. en 127 Public Square, 1500 Key Tower, Cleveland, OH 44114.

25 El catalizador a base de amina es Tris-2,4,6-(dimetilaminometil)fenol adquirido de Air Products Inc. en 7201 Hamilton Blvd, Allentown PA 18195.

El isocianato de polifenil polimetileno (PAPI 580N) se adquiere de Dow Chemicals, Inc. en Midland, MI, 49641-1206.

El valor R inicial se mide con un medidor de conductividad térmica LaserComp FOX 304 a una temperatura promedio de 75 °F (24°C). La unidad de valor R es ft²-hr-°F/BTU-in o K.m/w.

Ejemplo 1

30 Ensayo de compatibilidad

35 Se realizó una prueba de compatibilidad del agente de soplado (cis-1,1,1,4,4,4-hexafluoro-2-buteno)-polioliol en vasijas de vidrio sellado con pulverizador de 3 oz (90 ml) fabricado por Aerotech Lab. Se cargaron 50 gramos de polioliol en la vasija de vidrio. La vasija de vidrio se selló a continuación a temperatura ambiente a presión atmosférica. Antes de añadir cis-1,1,1,4,4,4-hexafluoro-2-buteno en el polioliol, la vasija de vidrio que contenía 50 gramos de polioliol se mantuvo a 25±2 °C durante 15 minutos y se confirmó visualmente su aspecto transparente. A continuación se inyectó cis-1,1,1,4,4,4-hexafluoro-2-buteno en la vasija de vidrio a un incremento en gramos de 2,5 (5 % en peso basado en el peso del polioliol). Después de cada inyección, la vasija se agitó durante 15 minutos para asegurar la mezcla completa. La vasija se mantuvo después a 25±2 °C durante 15 minutos y se verificó visualmente la separación y/o emulsión. Las etapas anteriores se repitieron hasta observarse emulsión o separación estables, o se agregó un total de 30 gramos (60 % en peso basado en el peso del polioliol) de cis-1,1,1,4,4,4-hexafluoro-2-buteno.

40 El ensayo indicó que el Polioliol B tenía buena compatibilidad con cis-1,1,1,4,4,4-hexafluoro-2-buteno, permaneciendo con aspecto transparente sin ninguna señal de emulsión o separación después de inyectarse un total de 30 gramos (60 % en peso basado en el peso del polioliol) de cis-1,1,1,4,4,4-hexafluoro-2-buteno.

45 El Polioliol A tenía muy poca compatibilidad con cis-1,1,1,4,4,4-hexafluoro-2-buteno, mostrando una emulsión estable después de inyectarse un total de 12,5 gramos (25 % en peso basado en el peso del polioliol) de cis-1,1,1,4,4,4-hexafluoro-2-buteno, formando una composición formadora de espuma descrita en esta invención.

Ejemplo 2

Espuma de poliuretano obtenida a partir de Polioliol B altamente compatible

50 Se mezclaron previamente, manualmente, Polioliol B, tensioactivo, catalizador, agua y cis-1,1,1,4,4,4-hexafluoro-2-buteno y luego se mezclaron con poliisocianato. La mezcla resultante se vertió en una caja de papel de 8"x8"x2,5" para formar la espuma de poliuretano. La formulación y las propiedades de la espuma se muestran en las Tablas 1 y

2 a continuación.

Tabla 1 Formulación de poliuretano – Polioli B

Componente	Partes en peso
Polioli B	100
Tensioactivo de tipo sílice	6,2
Catalizador de potasio	2,8
Agua	1,5
Agente de soplado cis-1,1,1,4,4,4-hexafluoro-2-buteno	30
Isocianato de polifenil polimetileno	130

Tabla 2. Propiedades de la espuma de poliuretano - Polioli B

Índice de espuma	1,16
Tiempo de crema (segundos)	15
Tiempo de crecida (segundos)	200
Tiempo libre de pegajosidad (segundos)	249
Densidad de espuma (libras por pies cúbicos) [kg/m ³]	1,9 [30,4]
Valor R inicial (ft ² -hr-°F/BTU-in) [K.m/w]	6,5 [45]

Ejemplo 3

- 5 Espuma de poliuretano obtenida a partir de la composición formadora de espuma que contiene Polioli A muy poco compatible

La espuma de poliuretano se obtuvo usando polioli A de la misma forma que se describe en el Ejemplo 2. La formulación y las propiedades de poliuretano se muestran en las Tablas 3 y 4 a continuación. Usando la composición formadora de espuma que comprende cis-1,1,1,4,4,4-hexafluoro-2-buteno y un polioli muy poco compatible (Polioli A), el valor R de la espuma se mejoró de 6,5 del Ejemplo 2 a 7,6.

10

Tabla 3 Formulación de poliuretano – Polioli A

Componente	Partes en peso
Polioli A	100
Tensioactivo de tipo sílice	6,2
Catalizador de potasio	2,8
Agua	1,5
Agente de soplado cis-1,1,1,4,4,4-hexafluoro-2-buteno	30
Isocianato de polifenil polimetileno	100

Tabla 4. Propiedades de la espuma de poliuretano - Polioli A

Índice de espuma	1,17
Tiempo de crema (segundos)	12
Tiempo de crecida (segundos)	130
Tiempo libre de pegajosidad (segundos)	160
Densidad de espuma (libras por pies cúbicos) [kg/m ³]	1,9 [30,4]
Valor R inicial (ft ² -hr-°F/BTU-in) [K.m/w]	7,6 [53]

Ejemplo 4

Uso de la composición formadora de espuma para mejorar la espuma de poliuretano obtenida a partir de un Polioliol B altamente compatible

- 5 Se añadió una pequeña cantidad de polioliol A muy poco compatible a la formulación que contenía polioliol B altamente compatible tal como se describe en el Ejemplo 2. La incorporación del polioliol A muy poco compatible en la composición formadora de espuma del Ejemplo 2 mejoró el valor R de 6,5 del Ejemplo 2 a 7,0. La formulación y las propiedades de poliuretano se muestran en las Tablas 5 y 6 a continuación.

Tabla 5 Formulación de poliuretano usando la composición formadora de espuma

Componente	Partes en peso
Polioliol B	80
Polioliol A	20
Tensioactivo de tipo sílice	6,2
Catalizador de potasio	2,8
Agua	1,5
Agente de soplado cis-1,1,1,4,4,4-hexafluoro-2-buteno	30
Isocianato de polifenil polimetileno	125

Tabla 6. Propiedades de la espuma de poliuretano usando la composición formadora de espuma

Índice de espuma	1,17
Tiempo de crema (segundos)	15
Tiempo de crecida (segundos)	150
Tiempo libre de pegajosidad (segundos)	190
Densidad de espuma (libras por pies cúbicos) [kg/m ³]	1,8 [28,8]
Valor R inicial (ft ² -hr-°F/BTU-in) [K.m/w]	7,0 [49]

10 Ejemplo 5

Espuma de poliisocianurato obtenida usando la composición formadora de espuma que contiene Polioliol A muy poco compatible

- 15 La espuma de poliisocianurato se obtuvo usando la composición formadora de espuma de la misma forma que se describe en el Ejemplo 2. La formulación y las propiedades de poliisocianurato se muestran en las Tablas 7 y 8 a continuación. La composición formadora de espuma produjo espuma de poliisocianurato con valor R de 7,7.

Tabla 7 Formulación de poliisocianurato – Polioliol A

Componente	Partes en peso
Polioliol A	100
Tensioactivo de tipo sílice	6,2
Catalizador de potasio	2,8
Catalizador a base de amina	0,7
Agente de soplado cis-1,1,1,4,4,4-hexafluoro-2-buteno	40
Isocianato de polifenil polimetileno	158

Tabla 8. Propiedades de la espuma de poliisocianurato - Polioliol A

Índice de espuma	2,48
Tiempo de crema (segundos)	15
Tiempo de crecida (segundos)	110
Tiempo libre de pegajosidad (segundos)	120
Densidad de espuma (libras por pies cúbicos) [kg/m ³]	2,1 [33,6]
Valor R inicial (ft ² -hr-°F/BTU-in) [K.m/w]	7,7 [53]

REIVINDICACIONES

- 5 1. Una composición formadora de espuma que comprende cis-1,1,1,4,4,4-hexafluoro-2-buteno, un poliol de poliéster muy poco compatible en donde la solubilidad de dicho cis-1,1,1,4,4,4-hexafluoro-2-buteno en dicho poliol de poliéster no supera 25 % en peso a 25 ± 2 °C y un compuesto que contiene hidrógeno activo altamente compatible que tiene dos o más hidrógenos activos, en donde la solubilidad de dicho cis-1,1,1,4,4,4-hexafluoro-2-buteno en dicho compuesto que contiene hidrógeno activo altamente compatible es mayor de 40 % en peso a 25 ± 2 °C.
2. La composición formadora de espuma de la reivindicación 1 en donde dicho compuesto que contiene hidrógeno activo altamente compatible es un poliol de poliéter.
- 10 3. Una espuma de polímero de poliuretano o poliisocianurato de celdilla cerrada que se puede obtener mediante reacción de cantidades eficaces de la composición formadora de espuma de la reivindicación 1 o 2.
4. La espuma de polímero de poliuretano o poliisocianurato de celdilla cerrada de la reivindicación 3 en donde dicha espuma de polímero tiene un valor R inicial mayor de $6,5 \text{ ft}^2\text{-hr-}^\circ\text{F/BTU-in}$ (45 K.m/W).
- 15 5. Un proceso para producir una espuma de polímero de poliuretano o poliisocianurato de celdilla cerrada que comprende: hacer reaccionar una cantidad eficaz de la composición formadora de espuma de la reivindicación 1 o 2 y un poliisocianato.