



OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



(1) Número de publicación: 2 608 909

(51) Int. CI.:

C08G 18/66 (2006.01) C08G 18/50 (2006.01) C08G 18/48 (2006.01) C08G 18/76 (2006.01) C08J 9/08 (2006.01)

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: 20.07.2004 E 04017067 (2) (97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: EP 1512708 28.09.2016

(54) Título: Componente de resina formulado para uso en un sistema de espuma atomizada en sitio, para producir una espuma de poliuretano de baja densidad

⁽³⁰) Prioridad:

20.08.2003 US 644450

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente: 17.04.2017

(73) Titular/es:

BASF CORPORATION (100.0%) Mount Olive, NJ 07828-1234, US

(72) Inventor/es:

SCHMIDT, KATRINA; JANZEN, CHRIS; GARDIN, GREG y LACARTE, CHRIS

(74) Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

DESCRIPCIÓN

Componente de resina formulado para uso en un sistema de espuma atomizada en sitio, para producir una espuma de poliuretano de baja densidad

Fundamento de la invención

5 1) Campo de la invención

15

20

25

55

La invención presente se relaciona con un componente de resina formulado para uso en un sistema de espuma atomizada en sitio, para producir una espuma de poliuretano de baja densidad. Más particularmente, la invención presente se relaciona con espumas de poliuretano de celda abierta de baja densidad, para uso como un material de aislamiento en estructuras, tales como edificios.

10 2) Descripción de la técnica relacionada

En los sistemas de atomización de poliuretano para producir espumas de poliuretano se usan diferentes componentes de resina formulados. En los documentos de EEUU Nos. 5,859,082 y 3,094,434 se muestran en general algunos componentes de resina formulados. Estos componentes de resina incluyen típicamente un agente de soplado, aditivos y una mezcla de poliol de diferentes constituyentes. El componente de resina es atomizado con un componente de isocianato para formar la espuma de poliuretano. Durante la atomización, el componente de resina reacciona con el componente de isocianato. El componente de resina y el componente de isocianato son atomizados en una relación volumétrica de 1 a 1 usando equipo típico de atomización. En el documento de EEUU No. 6,527,203 se muestra un tipo de equipo de atomización que puede ser usado con un sistema de dos componentes. Un problema encontrado en sistemas de atomización de espuma es el goteo de la espuma de poliuretano durante su curado. La extensión del goteo de la espuma de poliuretano puede aumentar y descender por modificación de la relación volumétrica del componente de resina al componente de isocianato. Además, puede controlarse el goteo añadiendo constituyentes adicionales al componente de resina. La mayoría de los sistemas de la técnica relacionados, atomizan los componentes en relación volumétrica 1:1 y añaden constituyentes adicionales. Una razón para realizar la atomización con una relación volumétrica de 1:1 es que los suministros del componente de resina y el componente de isocianato son consumidos a una rata igual y ello hace fácil el orden de reposición. Otra razón es el equipo barato de atomización disponible para entregar los componentes en la misma relación volumétrica. Sin embargo, la atomización en una relación 1:1 no siempre produce propiedades físicas adecuadas y da como resultado demasiado goteo.

Un ejemplo de una espuma de poliuretano formada en un sistema de atomización de espuma es mostrado en el documento de EEUU No. 5,449,699. La espuma de poliuretano incluye un componente de poliol que es iniciado con amina y tiene un catalizador de amina terciaria. En componente de poliol reacciona con un componente de isocianato en una relación en peso de 0.9:1 a 1.3:1. Sin embargo, la espuma de poliuretano del documento '699 es una espuma de poliuretano de celda cerrada que tiene una densidad mayor a 1.5 libras por pie cúbico (pcf).

En el documento de EEUU No. 4,260,514 se describe otro ejemplo de espuma de poliuretano. El documento '514 divulga una espuma de poliuretano formada por un diol con bromo, otros compuestos halógenos, y tres polioles. Estos compuestos halógenos son conocidos por aquellos expertos en la técnica, por actuar como agentes ignífugos. Uno de los polioles incluye una poliamina con grupo oxialquilo presente en una cantidad desde aproximadamente 4 a aproximadamente 20 por ciento en peso. Estos polioles reaccionan con un isocianato para producir la espuma que tiene una dispersión de llama característica inferior a 25. Sin embargo, la espuma de poliuretano tiene una densidad mayor a 1.5 pcf y usa freón como el agente de soplado. El documento '514 no divulga o sugiere la formación de la espuma de poliuretano que tenga una densidad inferior a 1 pcf y con agua como agente de soplado. El uso de freón requiere equipamiento adicional, tal como recipientes a presión para entregar los constituyentes y da como resultado típicamente espumas que tienen una densidad mayor a 1 pcf. El cambio de agentes de soplado entre agua y freón impacta notablemente las propiedades físicas de la espuma resultante y da como resultado diferentes densidades.

El documento US-A-2002169227 divulga una composición de resina que comprende agua, un poliol iniciado con amina, un triol de óxido de polipropileno bloqueado con óxido de etileno, que tiene un peso molecular de 4300 y un poliéter con amina. La composición es usada para preparar espumas de poliuretano con difenilmetano diisocianato.

50 El documento US-A-5340900 describe una composición que comprende tetrakis(2-hidroxipropil)-etilen diamina, un triol de polioxipropilenpolioxietileno iniciado con trimetilolpropano, con un peso equivalente de 2150 y un polipropilen glicol terminado en amina, que tiene un peso molecular de 2000.

La composición de poliol anterior reacciona con difenilmetano diisocianato.

En suma, las espumas de poliuretano formadas de los sistemas de espuma por atomización de la técnica relacionada, se caracterizan por una o más insuficiencias. Por ello, es deseable suministrar un componente de

resina formulado, para uso en un sistema de espuma de poliuretano por atomización, para producir una espuma de poliuretano que tenga baja densidad y que tenga características físicas mejoradas, tales como características de dispersión de la llama, absorción de agua y permeabilidad al vapor de agua.

Breve resumen de la invención

La invención presente suministra un componente de resina formulado para uso en un sistema de espuma de poliuretano por atomización, para producir una espuma de poliuretano que tiene una densidad inferior a 16,02 kg/m3 (1 libra por pie cúbico (pcf). El componente de resina incluye un agente de soplado, un primer poliol que tiene un promedio numérico de peso molecular desde 150 a 500 y por lo menos tetrafuncionalidad en una cantidad desde 5 a 25 partes en peso con base en 100 partes en peso de dicho componente de resina; un segundo poliol que tiene un promedio numérico de peso molecular desde 3500 a 8000 y grupos hidroxilo terminales, y un componente de agente de curado que tiene por lo menos un grupo amina primaria y un promedio numérico de peso molecular desde 150 a 5000 en una cantidad de 5 a 15 partes en peso con base en 100 partes en peso de dicho componente de resina.

El sistema de espuma de poliuretano por atomización hace reaccionar a) el componente de resina de arriba, con b) un componente de isocianato que incluye difenilmetano diisocianato. El sistema hace reaccionar a) y b) en una relación volumétrica que tiene un índice de isocianato desde 15 a 70, en la que la relación es una relación volumétrica de a) a b) desde 1:1.2 a 1:5.

De acuerdo con ello, la invención presente supera las insuficiencias que caracterizan la técnica relacionada. Específicamente la composición de la invención presente produce la espuma de poliuretano que tiene una densidad inferior a 16.02 kg/m3 (1 pcf) y que tiene características físicas mejoradas, tales como características de dispersión de la llama, absorción de agua y permeabilidad al vapor de agua. La espuma de poliuretano formada de acuerdo con la invención presente exhibe una cantidad reducida de goteo cuando es atomizada desde arriba a una relación volumétrica mayor a 1:1, comparada con las composiciones de la técnica relacionada.

25 Descripción detallada de la invención

20

30

35

40

45

50

55

La espuma de poliuretano de la invención presente se forma en un sistema de espuma de poliuretano por atomización, conocido por aquellos expertos en la técnica. El sistema de espuma por atomización de la invención presente es denominado típicamente como un sistema de espuma por atomización de atomización en sitio. Estos sistemas atomizan dos componentes como un líquido dentro de un espacio deseado. Después de la atomización, los componentes comienzan a levantarse, formar crema y formar gel de la espuma de poliuretano. Se aprecia que los componentes puedan comenzar a reaccionar a medida que son atomizados, pero eso se distingue de los sistemas de espuma por atomización conocidos por aquellos expertos en la técnica, donde lo que es atomizado ha comenzado ya a formar crema y formar espuma. Adicionalmente, los sistemas de atomización en sitio no requieren equipo especializado, tal como contenedores a presión para los componentes. El sistema de atomización produce la espuma de poliuretano de la invención sujeto, para que tenga una densidad inferior a 1 libra por pie cúbico (pcf), o 16.02 kilogramos por metro cúbico (kg/m³). Preferiblemente, la espuma 10 de poliuretano tiene una densidad inferior a 0.75 pcf, o 12.01 kg/m³, y más preferiblemente una densidad de aproximadamente 0.5 pcf, o 8.01 kg/m3. La espuma de poliuretano de baja densidad permite que menos espuma se atomizada, mientras se logra un deseado valor de aislamiento. Las espumas de mayor densidad requieren que sea atomizada más espuma, lo cual incrementa el costo del sistema y lo hace menos deseable.

La espuma de poliuretano es particularmente útil como un material de aislamiento para uso en una estructura de edificio.

La espuma de poliuretano tiene una baja absorción de agua, inferior a 10 por ciento en volumen de la espuma de poliuretano, preferiblemente inferior a 5 por ciento en volumen, y más preferiblemente entre 3 a 5 por ciento en volumen. La absorción de agua, como es conocida por aquellos expertos en la técnica es la habilidad de la espuma de poliuretano para absorber agua de cualquier fuente, tal como condensación. La espuma de poliuretano formada de acuerdo con la invención presente es de celda abierta y exhibe una baja cantidad de absorción de agua, lo cual es deseable para materiales de aislamiento. Esta baja absorción de agua es altamente inesperada, puesto que la espuma de poliuretano es de celda abierta y típicamente las espumas de celda abierta absorben grandes cantidades de agua.

El sistema de espuma por atomización mezcla a) un componente formulado de resina con b) un componente de isocianato. El componente de resina incluye un agente de soplado que es agua. Se prefiere que el agente de soplado esté presente en una cantidad desde 15 a 40 partes en peso con base en 100 partes en peso del componente de resina. Más preferiblemente, el agua está presente en una cantidad desde 20 a 30 partes en peso, y con máxima preferencia de 24 a 26 partes en peso con base en 100 partes en peso del componente de resina.

El componente de resina también incluye un primer poliol que tiene un promedio numérico de peso molecular desde 150 a 500 y que tiene por lo menos tetra-funcionalidad. Preferiblemente, el primer poliol es un poliol iniciado con amina, y más preferiblemente es un poliol alifático, iniciado con amina. Además, el primer poliol tiene un promedio numérico de peso molecular de preferiblemente de 250 a 550, y más preferiblemente de 250 a 400. El primer poliol tiene un número hidroxilo desde 250 a 1000, preferiblemente de 400 a 825, y más preferiblemente de 450 a 800. Un primer poliol adecuado incluye, pero no está limitado a, poli-Q® 40-800, disponible comercialmente de Arch Chemicals, Inc. El primer poliol está presente en una cantidad desde 5 a 25 partes en peso con base en 100 partes en peso del componente de resina, preferiblemente de 10 a 20, y más preferiblemente de 11 a 14 partes en peso con base en 100 partes en peso del componente de resina.

Un segundo poliol está incluido en el componente de resina que tiene un promedio numérico de peso molecular desde 3500 a 8000. Preferiblemente, el segundo poliol tiene un promedio numérico de peso molecular desde 4000 a 7500, y más preferiblemente de 5000 a 7000. El segundo poliol tiene grupos hidroxilo terminales, tales como trioles y dioles. El segundo poliol tiene un número hidroxilo desde 20 a 100, preferiblemente de 20 a 60, y más preferiblemente de 25 a 58. Un segundo poliol adecuado incluye, pero no está limitado a, PLURACOL® 380, disponible comercialmente de BASF Corp. El segundo poliol está presente en una cantidad desde 5 a 25 partes en peso con base en 100 partes en peso del componente de resina, preferiblemente de 10 a 20 partes en peso, y más preferiblemente de 11 a 14 partes en peso con base en 100 partes en peso del componente de resina.

20

25

40

55

La invención presente incluye además un componente de curado que tiene por lo menos un grupo amino primario y tiene un promedio numérico de peso molecular desde 150 a 5000. Los grupos amino primarios son conocidos por aquellos expertos en la técnica por incluir un sustituyente orgánico, R, unido a un átomo de nitrógeno que tiene la fórmula general de R-NH₂. El componente de curado tiene preferiblemente un número promedio de peso molecular desde 250 a 5000. El componente de curado está presente en una cantidad desde 5 a 15 partes en peso con base en 100 partes en peso del componente de resina, preferiblemente de 5 a 12 partes en peso, y más preferiblemente de 9 a 11 partes en peso con base en 100 partes en peso del componente de resina. El componente de curado tiene un número hidroxilo desde 20 a 800, preferiblemente 30 a 600, y más preferiblemente de 30 a 450. Los grupos amino primarios son más reactivos que los otros polioles y mejoran el levantamiento, gel, y tiempo de curado de la espuma de poliuretano, lo cual reduce la cantidad de goteo. Además, los grupos amino primarios pueden contribuir a que la espuma 10 de poliuretano de celda abierta tenga descenso en la absorción de agua.

En una realización, el componente de curado es un tercer poliol que tiene por lo menos un grupo amina primario. El tercer poliol puede ser un poliol trifuncional que tiene tres grupos amino primarios con un promedio numérico de peso molecular desde 400 a 5000, tal como una poliéter triamina. Una poliéter triamina así es polioxipropilenetriamina. El tercer poliol puede ser también un poliol difuncional que tiene dos grupos amino primarios con un promedio numérico de peso molecular desde 200 a 2000, tal como una poliéter diamina. Una poliéter diamina así es polioxipropilenediamina. Algunos ejemplos adecuados del componente de curado incluyen, pero no están limitados a, JEFFAMINA® T-403; y JEFFAMINA® D-2000, ambos disponibles comercialmente de Huntsman Performance Chemicals.

El componente de resina puede incluir también aditivos seleccionados de por lo menos un catalizador, un emulsificante, un surfactante, y un agente ignífugo. El catalizador, cuando se usa, está presente en una cantidad desde más de 0 a 18 partes en peso con base en 100 partes en peso del componente de resina, preferiblemente de 0 a 10 partes en peso, y más preferiblemente de 0.5 a 8 partes en peso con base en 100 partes en peso del componente de resina. Ejemplos adecuados del catalizador incluyen pentametildietiltriamina, dimetil estaño dimercaptida, dimetiletanolamina, y mezclas de ellos. Sin embargo, se aprecia que otros catalizadores son conocidos por aquellos expertos en la técnica y pueden ser usados con la invención sujeto.

Otro aditivo útil con la invención presente incluye en emulsificante. Cuando se usa, el emulsificante está presente en una cantidad desde más de 0 a 5 partes en peso con base en 100 partes en peso del componente de resina, preferiblemente de 0.5 a 3 partes en peso, y más preferiblemente de 1 a 2 partes en peso con base en 100 partes en peso del componente de resina. Un emulsificante adecuado es ácido oleico. El ácido oleico ayuda también a mantener la homogeneidad de la resina, eliminando de ese modo la necesidad de mezclar la resina antes de la atomización.

Adicionalmente, pueden incluirse otros emulsificantes para ayudar a la mezcla entre la resina y componentes de isocianato. Un emulsificante adecuado para la reacción con el isocianato incluye, pero no está limitado a, nonil fenol etoxilato. El emulsificante para reaccionar con el isocianato puede estar presente en una cantidad desde más de 0 a 10 partes en peso con base en 100 partes en peso del componente de resina, preferiblemente de 1 a 5 partes en peso, y más preferiblemente de 1.5 a 3 partes en peso con base en 100 partes en peso del componente de resina. Sin embargo, se aprecia que otros emulsificantes para la reacción con el isocianato son conocidos por aquellos expertos en la técnica y pueden ser usados con la invención sujeto.

El surfactante, cuando se usa está presente en una cantidad desde más de 0 a 5 partes en peso con base en 100 partes en peso del componente de resina, preferiblemente de 0.1 a 3 partes en peso, y más preferiblemente

de 0.5 a 1.5 partes en peso con base en 100 partes en peso del componente de resina. Un surfactante adecuado incluye, pero no está limitado a, surfactante de silicona. Sin embargo, se aprecia que otros surfactantes son conocidos por aquellos expertos en la técnica y pueden ser usados con la invención sujeto.

El componente de resina puede incluir también el agente ignífugo el cual, cuando se usa está presente, en una cantidad desde 15 a 40 partes en peso con base en 100 partes en peso del componente de resina, preferiblemente de 20 a 30 partes en peso, y más preferiblemente de 21 a 27 partes en peso con base en 100 partes en peso del componente de resina. El agente ignífugo incluye preferiblemente un compuesto de fósforo orgánico. Un ejemplo adecuado del agente ignífugo incluye, pero no está limitado a, ANTI-BLAZE® 100, disponible comercialmente de Rhodia.

La invención presente también comprende el componente b) de isocianato. El componente de isocianato incluye difenilmetano diisocianato (MDI) y mezclas de él. Además, el MDI puede incluir MDI monomérico (MMDI), el cual incluye tanto 4,4-MDI como 2,4-MDI y MDI polimérico (PMDI), el cual incluye dos o más grupos aromáticos como es conocido por aquellos expertos en la técnica. Se prefiere que el componente de isocianato incluya mezclas de PMDI y MMDI. Más preferiblemente, el PMDI está presente en una cantidad desde 30 a 70 partes en peso del componente de isocianato y el MMDI está presente en una cantidad desde 30 a 70 partes en peso con base en 100 partes en peso del componente de isocianato. Un componente de isocianato adecuado incluye, pero no está limitado a, LUPRANATE® M20S, disponible comercialmente de BASF Corp.

El sistema hace reaccionar a) el componente de resina y b) el componente de isocianato en una relación volumétrica que tiene un índice de isocianato desde 15 a 70, preferiblemente en una relación que tiene un índice de isocianato desde 25 a 60, y más preferiblemente en una relación que tiene un índice de isocianato desde 25 a 55. El índice de isocianato es alcanzado atomizando a) a b) en una relación volumétrica desde 1:1.2 a 1:5, preferiblemente de 1:1.2 a 1:3, y más preferiblemente de 1:1.25 a 1:2. Cuando se atomiza a estas relaciones, los grupos amino primarios están presentes en una cantidad tal que ellos reaccionan más rápidamente con el componente de isocianato que los otros constituyentes. Más específicamente, pero en ningún caso limitante, atomizando a un índice más alto, se unen más grupos hidroxilo del poliol de elevado peso molecular que no han reaccionado, y esto previene el goteo de la espuma mientras se quema. Atomizando a la relación de extinción, se previene el goteo durante la quema y por ello se obtiene un menor número de dispersión de la llama. Por ello, el índice de isocianato está entre 15 y 70 para asegurar que existen suficientes grupos isocianato para unirse a los grupos hidroxilo que no reaccionaron, para curar la espuma de poliuretano.

La espuma de poliuretano de celda abierta resultante tiene una densidad inferior a 1 libra por pie cúbico y tiene menor absorción de agua como será ilustrado en el siguiente ejemplo.

El sistema de atomización puede ser atomizado con cualquier equipo típico para atomización de dos componentes, el cual incluye una pistola de atomización para dos componentes, como es conocido por aquellos expertos en la técnica. Típicamente, se mezclan los dos componentes, a) y b), una vez ellos entran y salen por una tobera de la pistola de atomización. El sistema tiene que ser capaz de atomizar los componentes a) y b) a las relaciones volumétricas especificadas. Una vez se mezclan los dos componentes, comienza a formarse la espuma de poliuretano. La espuma de poliuretano exhibe entonces un tiempo de formación de crema, un tiempo de formación de gel, y un tiempo de levantamiento. La espuma de poliuretano tiene el tiempo de formación de crema de aproximadamente 2 segundos ± 1 segundo, el tiempo de formación de gel de aproximadamente 4.5 segundos ± 1 segundo, y el tiempo de levantamiento de 8.0 segundos ± 2 segundos. Cuando se atomiza la espuma de poliuretano, es importante tener unos tiempos rápidos de formación de crema, formación de gel y de levantamiento, para prevenir que la espuma de poliuretano presente goteo mientras es atomizada, como se describió anteriormente. Esto es particularmente cierto cuando la espuma de poliuretano es atomizada desde arriba. La invención presente suministra la espuma de poliuretano capaz de ser atomizada desde arriba con un reducido goteo. Los siguientes ejemplos, que ilustran la formación de la espuma de poliuretano de acuerdo con la invención presente e ilustran ciertos problemas de la espuma de poliuretano, como se presentan aquí, pretenden ilustrar y no limitar la invención.

Ejemplo

20

25

35

40

45

50

Se formó una espuma de poliuretano de celda abierta, de acuerdo con la invención presente, como se describió anteriormente y con la composición mostrada en la Tabla 1 abajo.

Tabla 1: Formulación de resina y componente de isocianato

Componente de resina	Partes en peso
Componente de curado	10.00
Primer poliol	17.50
Segundo poliol	15.00
Agente ignífugo	21.60
Agente de soplado	25.00
Catalizador A	0.90
Catalizador B	0.50
Catalizador C	5.00
Emulsificante	1.50
Surfactante	1.00
Emulsificantes de isocianato	2.00
Total	100.00
Componente de isocianato	Partes en peso
Isocianato	100.00
Total	100.00

El componente de curado es JEFFAMINA® T-403, la cual es polioxipropilenetriamina que tiene un promedio aritmético de peso molecular de 440. El primer poliol es POLY-Q® 40-800, el cual es un poliol tetra-funcional, iniciado por amina alifática que tiene un promedio aritmético de peso molecular de 280. El segundo poliol es PLURACOL® 380, el cual es un triol terminado en hidroxilo primario que tiene un promedio hermético de peso molecular de 6500. El agente ignífugo es ANTI-BLAZE® 100. El agente de soplado es agua. El catalizador A es pentametildietiltriamina, el catalizador B es dimetiltin dimercaptida, y el catalizador C es dimetiletanolamina. El emulsificante es ácido oleico y el surfactante es un surfactante de silicona. El emulsificante de isocianato es nonil fenol etoxilato. The isocianato es LUPRANATE® M20S.

5

10

15

20

Se atomizaron el a) componente de resina y el b) componente de isocianato a una relación volumétrica de 1:1.5. La espuma de poliuretano resultante fue preparada como una muestra y probada respecto a diferentes propiedades físicas, tales como densidad, fuerza de compresión, absorción de agua, transmisión de vapor de agua y características de dispersión de llama. Se analizó la muestra usando los siguientes equipos de prueba: Instron modelo 5500R, balanza Mettler modelo, LaserComp Fox 600, calibrador Mitutoya 12 in. Digimatic, y calibrador Mitutoya 24 in. Digimatic.

La muestra fue probada de acuerdo con ASTM D 1622-98 "Standard Test Method for Apparent Density of Rigid Cellular Plastics", ASTM D 1621-00 "Standard Test Method for Compressive Properties of Rigid Cellular Plastics" procedimiento A, ASTM C 518-98 "Standard Test Method for Steady-State Thermal Transmission Properties by Means of the Heat Flow Meter Apparatus", ASTM D 2126-99 "Standard Test Method for Response of Rigid Cellular Plastics to Thermal and Humid Aging", y ASTM D 2842-97 "Standard Test Method for Water Absorption of Rigid Cellular Plastics". En la Tabla 2 se muestran las propiedades físicas de la espuma de poliuretano.

Tabla 2: Propiedades físicas de la espuma de poliuretano

Propiedad física	
Densidad, kg/m ³	8.26
Fuerza de compresión, kPa	12.40
Resistividad térmica, m K/W	26.38
Permeabilidad al vapor de agua, ng/Pa s m² (espesor del espécimen 25.4 mm)	894.0 0
Estabilidad dimensional, %	
28 días a 80 °C	1.4U
28 días a 70 °C y 95% HR	5.70
28 días a - 29 °C	0.50

Se probaron diferentes propiedades de transmisión de vapor de agua de acuerdo con ASTM E 96-00 "Standard Test Method for Water Vapor Transmission Materials," procedimiento A. Se cortaron las muestras y se montaron dentro de un aparato que está de acuerdo con la especificación de prueba ASTM E 96-95. Los especímenes de pruebas fueron acondicionados en una cámara de humedad constante por 24 horas antes de comenzar la recolección de datos.

De acuerdo con ASTM E 96-95, se obtuvieron mediciones de taza seca y taza húmeda. Se colocaron los especímenes de prueba en una cámara de humedad constante a 50% de humedad relativa ± 1% y a temperatura de 23°C ± 0.1 °C. Se pesaron los especímenes a intervalos regulares. Las muestras obtuvieron ratas constantes de transmisión de vapor de agua, las cuales fueron usadas en los cálculos para determinar las propiedades de transmisión de vapor de agua. La Tabla 3 ilustra los resultados para transmisión de vapor de agua (wvt), permeancia, y permeabilidad tanto para la taza seca como para la taza húmeda.

10

15

20

25

30

Tabla 3: resultados de prueba de espuma de poliuretano atomizada, de baja densidad

	wvt (g/s m ²)	Permeancia (kg/m² s Pa)	Permeabilidad (kg/m s Pa)
Taza seca	1.95 X 10 ⁻⁴	1.412 X 10 ⁻¹⁰	2.140 X 10 ⁻¹¹
Taza húmeda	1.88 X 10 ⁻⁴	1.375 10 ⁻¹⁰	2.093 X 10 ⁻¹¹

Se determinaron también diferentes características de combustión para la espuma de poliuretano preparada acuerdo con la invención presente. Específicamente, se determinaron la Clasificación de Dispersión de Llama y Humo Generado, con base en pruebas conducidas de acuerdo con CAN/ULC-S 102 "Standard Test Method of Test for Surface Burning Characteristics of Building Materials and Assemblies" y ULC-S 127 "Standard Corner Wall Method of Test for Non-Melting Building Materials".

El método CAN/ULC-S 102 está diseñado para determinar las características relativas de combustión superficial de materiales bajo condiciones específicas de prueba. Los resultados se expresan en términos de Clasificación de Dispersión de Llama (FSC1) y humo generado (SD). Adicionalmente a una prueba de túnel para productos de espuma plástica para aislamiento, el estándar también cita ULC-S127. Aunque el procedimiento es aplicable a materiales, productos y montajes usados en la construcción de edificios para el desarrollo de datos comparativos de dispersión superficial de llama, los resultados pueden no reflejar las características relativas de combustión superficial de los materiales probados, bajo todas las condiciones de fuego de edificios.

Se acondicionó la muestra hasta masa constante a una temperatura de 23 °C y una humedad relativa de 50%, antes de la prueba. Se precalentó el túnel a 85 °C, según se midió mediante una termocupla empotrada en el panel de fondo localizada 7090 mm corriente abajo de los puertos de quemado, y se dejó enfriar a 40 °C, según se midió por la termocupla empotrada del panel de fondo localizada a 4000 mm de los puertos de quemado. En

ES 2 608 909 T3

este momento, se levantó la tira del túnel y se colocó la muestra a lo largo de las repisas del túnel para formar un techo continuo de 7315 mm de longitud y 305 mm sobre el piso. Se bajó entonces la tira a su lugar.

Luego de la ignición de los puertos de quemado, se observó la distancia de dispersión de la llama, y se registró cada 15 segundos. Se hizo una gráfica de distancia de dispersión de llama versus tiempo, ignorando cualquier retroceso del frente de la llama. Si el área bajo la curva (A) es inferior a o igual a 29.7 m-min, entonces FSC1 = 1.85 x A; si es mayor, entonces FSC1 = 1640/(59.4-A). Se determinó el humo generado mediante comparación del área bajo la curva para la muestra de prueba, con la de tablero de cemento inorgánico reforzado y roble rojo, establecidos arbitrariamente como 0 y 100, respectivamente.

Durante la prueba de algunos materiales, particularmente aquellos de baja inercia térmica, la llama puede mostrar un comportamiento anómalo. Esto es evidente cuando el frente de la llama progresa inicialmente de forma rápida, como es característico de materiales altamente inflamables, pero luego se hace más lenta o falla en avanzar más lejos, típicamente sin alcanzar el extremo del espécimen durante el periodo de prueba. En tales casos la Clasificación de Dispersión de Llama (FSC2) es determinada mediante la aplicación de una ecuación de rata:

10

15

20

25

30

Clasificación de dispersión de llama (FSC2) = 95.2 x d/t

en la que "t" es el tiempo en minutos para que el frente de la llama se propague a una distancia "d" metros, donde hay una marcada reducción en el avance del frente de la llama. En ciertos casos donde es difícil la determinación exacta de "d" o "t", o donde hay una condición inusual tal como la formación de una capa de alquitrán que inhibe la propagación subsiguiente a un destello inicial, la FSC2 será determinada considerando los resultados de una prueba conducida de acuerdo con ULC-S127.

Las superficies interiores del Aparato de Prueba de Esquina de Pared ULC-S127 están alineadas con el material de prueba y se colocó un quemador especificado en el piso de la esquina adyacente a las dos paredes interiores. Se dio ignición al quemador y se determinó el tiempo de emisión de llama desde abajo del pabellón, fractura de la hebra de algodón, o retroceso del frente de llama. Se juntó este tiempo con FSC2 mediante referencia a una gráfica de correlación en el estándar S127.

La espuma de poliuretano formada de acuerdo con la invención presente produjo un FSC1 de 62.5 y un SD de 260. Usando la ecuación de rata mostrada arriba, la espuma de poliuretano tiene un FSC2 de 565. Se ejecutó también la prueba de pared de esquina, de acuerdo con S127 y produjo un FSC2 de 430. El resultado de la prueba S127 toma prioridad sobre la ecuación de rata, por ello la espuma de poliuretano tiene un FSC2 de 430 y un SD de 260.

REIVINDICACIONES

- 1. Una espuma de poliuretano que es producida desde un sistema de atomización de poliuretano, es de celda abierta y tiene una densidad inferior a 16.02 kg/m3 (1 libra porque cúbico) y una absorción de agua inferior a 10 por ciento en volumen de la espuma de poliuretano, donde dicha espuma de poliuretano es el producto de reacción de:
- a) un componente de resina que comprende;

un agente de soplado,

10

15

25

30

35

un primer poliol que tiene un promedio aritmético de peso molecular desde 150 a 500 y tiene por lo menos tetrafuncionalidad en una cantidad desde 5 a 25 partes en peso con base en 100 partes en peso de dicho componente de resina;

un segundo poliol que tiene un promedio aritmético de peso molecular desde 3500 a 8000 y tiene grupos hidroxilo terminales, y

un componente de curado que tiene por lo menos un grupo amino primario y tiene un promedio aritmético de peso molecular desde 150 a 5000 en una cantidad de 5 a 15 partes en peso con base en 100 partes en peso de dicho componente de resina y

- b) un componente de isocianato que comprende difenilmetano diisocianato; en el que dicho a) y b) reaccionan en una relación volumétrica que tiene un índice de isocianato desde 15 a 70.
- 2. Una espuma de poliuretano como se expone en la reivindicación 1, en la que dichos a) y b) reaccionan en una relación volumétrica que tiene un índice de isocianato desde 25 a 60.
- 3. Una espuma de poliuretano como se expone en la reivindicación 1, en la que dicha espuma de poliuretano tiene una absorción de agua inferior a 5 por ciento en volumen de dicha espuma de poliuretano.
 - 4. Un método para formar una espuma de poliuretano desde un sistema de atomización de poliuretano, en el que la espuma de poliuretano tiene una densidad inferior a 16,02 kg/m3 (1 libra porque cúbico) y una absorción de agua inferior a 10 por ciento en volumen de la espuma de poliuretano; donde dicho método comprende los pasos de:

suministro de a) un componente de resina que incluye un agente de soplado, un primer poliol que tiene un promedio aritmético de peso molecular desde 150 a 500 y que tiene por lo menos tetrafuncionalidad en una cantidad desde 5 a 25 partes en peso con base en 100 partes en peso de dicho componente de resina superior, un segundo poliol que tiene un promedio aritmético de peso molecular desde 3500 a 8000 y tiene grupos hidroxilo terminales, y un componente de curado que tiene por lo menos un grupo amino primario y tiene un promedio aritmético de peso molecular desde 150 a 5000 en una cantidad de 5 a 15 partes en peso con base en 100 partes en peso de dicho componente de resina,

suministro de b) un componente de isocianato que comprende difenilmetano diisocianato; y

reacción de a) y b) en una relación volumétrica desde 1:1.2 a 1:5 tal que a) y b) reaccionan teniendo un índice de isocianato desde 15 a 70.

- 5. Un método como se enuncia en la reivindicación 4 en el que dicho paso de reacción de a) y b) es definido adicionalmente como reacción de a) y b) en una relación volumétrica desde 1:1.2 a 1:2 tal que a) y b) reaccionan teniendo un índice de isocianato desde 25 a 60.
- 6. Un método como se enuncia en la reivindicación 4 en el que el paso de reacción de a) y b) es definido además como atomización de a) y b).
 - 7. Un método como se enuncia en la reivindicación 6 en el que el paso de atomización de a) y b) es definido además como mezcla de a) y b) a través de una tobera de una pistola de atomización.