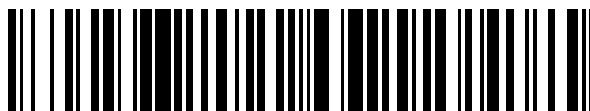


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 632 926**

51 Int. Cl.:

B29K 75/00 (2006.01)
C08G 18/76 (2006.01)
C08J 9/14 (2006.01)
C08J 9/12 (2006.01)
C08J 9/30 (2006.01)
C08G 18/18 (2006.01)
C08G 18/40 (2006.01)
C08G 18/48 (2006.01)
C08G 101/00 (2006.01)
B29C 44/34 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **25.02.2014** **PCT/US2014/018332**
87 Fecha y número de publicación internacional: **18.09.2014** **WO14143541**
96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **25.02.2014** **E 14710701 (5)**
97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **17.05.2017** **EP 2970615**

54 Título: **Proceso de baja presión para formación de espuma de poliuretano o poliisocianurato**

30 Prioridad:

15.03.2013 US 201361791674 P

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

18.09.2017

73 Titular/es:

DOW GLOBAL TECHNOLOGIES LLC (100.0%)
2040 Dow Center
Midland, Michigan 48674, US

72 Inventor/es:

PIGNAGNOLI, FRANCESCA;
REXRODE, ERIC M.;
FLAHERTY, KELLY R. y
VAIRO, GIUSEPPE

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 632 926 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

Proceso de baja presión para formación de espuma de poliuretano o poliisocianurato

Campo de la invención

- 5 La presente invención se refiere a un proceso de formación de espuma de poliuretano (PUR) o poliisocianurato (PIR) que utiliza un equipo de baja presión. En un aspecto, la invención es un proceso de baja presión de formación de espuma de poliuretano o poliisocianurato que usa un agente de soplado que no contiene hidrocarburos y de bajo potencial de calentamiento global (GWP) mientras que en otro aspecto, la invención se refiere a un proceso en el que el dióxido de carbono gaseoso se usa como un agente de formación de espuma.

Antecedentes de la invención

- 10 Las espumas de poliuretano (PUR) y poliisocianurato (PIR) se fabrican típicamente a partir de sistemas de dos componentes en los que un componente comprende un isocianato y el otro componente comprende un poliol y/u otro material reactivo con el isocianato. Los dos componentes se mezclan bajo presión alta o baja en presencia de un catalizador y un agente de soplado, con o sin diversos aditivos. El mezclador de rotor-estator de flujo radial constituye un ejemplo de los mezcladores usados en los procesos de alta presión, por ejemplo, un mezclador
- 15 OAKES. El mezclador de impacto constituye un ejemplo de los mezcladores usados en los procesos de baja presión, por ejemplo, un mezclador ELIMINATOR.

- 20 Las "espumas espumosas" son mezclas que abandonan el componente de la pistola aplicadora del mezclador en estado espumoso. Esto está en contraste con las espumas de "colada" que salen en forma líquida y luego crecen y se expanden un tiempo después de abandonar la pistola. La salida de la pistola aplicadora en forma de espuma permite dos beneficios importantes para el usuario final. Uno, la espuma espumosa será resistente desde el punto de vista de fugas producidas en moldes que tengan tolerancias limitadas u otras características de "fuga". Dos, si hay suficiente energía de formación de espuma durante el impacto del material en la pistola, la mezcla procedente de la expansión de gas puede ser suficiente para proporcionar una mezcla excelente de poliol/isocianato sin necesidad de usar un mezclador estático en el extremo de la pistola aplicadora. La eliminación del mezclador
- 25 estático es una ventaja para el usuario final porque exime al usuario final de tener que limpiar o lavar el mezclador estático.

- 30 El agente típico de soplado de espuma usado en los Estados Unidos es HFC-134a que es un gas a temperatura ambiente y tiene un agotamiento de ozono nulo. Sin embargo, presenta un elevado potencial de calentamiento global (GWP). Las directrices de mercado y la legislación futura están orientadas a agentes de soplado de bajo potencial de calentamiento global y lejos de agentes de soplado de alto potencial de calentamiento global. Un agente de soplado gaseoso de bajo potencial de calentamiento global y bajo coste resulta muy deseable para el usuario final de espuma espumosa.

El documento US 6.303.667 divulga un agente de soplado que contiene de 5 a 50 % en peso de dióxido de carbono líquido y un componente líquido adicional.

- 35 El documento DE10203701 divulga un método para producir espuma de poliuretano en presencia de un agente de formación de espuma diluido.

El documento DE10151855 divulga un método para producir espuma de poliuretano en una unidad de mezcla de baja presión en presencia de un agente de formación de espuma disuelto.

El documento US2006/270746 divulga una espuma de poliuretano formada usando dióxido de carbono.

40 Sumario de la invención

- 45 En una realización, la invención es el uso de dióxido de carbono gaseoso (CO₂) como un agente de soplado en un proceso de formación de espuma a baja presión. En una realización, el dióxido de carbono gaseoso se añade a la mezcla de poliol o la mezcla de isocianato, o ambas. En una realización, el dióxido de carbono se añade como una tercera corriente, por ejemplo, se alimentan en un mezclador de impacto de baja presión, las corrientes de poliol, isocianato y CO₂ en la cabeza del mezclador en forma de corrientes por separado. Se utiliza suficiente dióxido de carbono para formar una espuma para eliminar las fugas en los moldes "con fuga" y para permitir la mezcla sin un mezclador estático, pero no tanto como para dar lugar a un factor K inaceptable o contracción. Los niveles más bajos de dióxido de carbono pueden todavía tener una ventaja para el usuario final ya que proporcionan un medio para eliminar fugas en los moldes del usuario final.

- 50 Por consiguiente, de acuerdo con la presente invención, se proporciona un proceso de fabricación de una espuma de poliuretano o poliisocianurato, que comprende la etapa de mezcla a baja presión de 0,7 a 2,1 MPa de:

(A) un isocianato;

(B) un compuesto reactivo con el isocianato, por ejemplo, un poliol;

(C) un agente de soplado de líquido; y

(D) dióxido de carbono gaseoso,

en la que los componentes se mezclan sin un mezclador estático.

- 5 En una realización, el agente de soplado es un agente de soplado físico, preferentemente uno con un bajo valor de GWP. En una realización, el agente de soplado es un hidrocarburo, particularmente un pentano. En una realización, el dióxido de carbono es gaseoso en el momento en que se mezcla con uno o más de los otros componentes del proceso. En una realización, la mezcla se realiza usando un mezclador de impacto de baja presión.

Descripción detallada de la realización preferida

Definiciones

- 10 A menos que se indique lo contrario, de forma implícita en el contexto o habitual en la técnica, todas las partes y porcentajes se basan en el peso.

Los intervalos numéricos incluyen todos los valores a partir de e incluyendo los valores inferior y superior, en incrementos de una unidad, siempre que haya una separación de al menos dos unidades entre cualquier valor inferior y cualquier valor superior. A modo de ejemplo, si una propiedad composicional, física u otra, tal como, por ejemplo, peso molecular, etc., es de 100 a 1.000, entonces todos los valores individuales, tales como 100, 101, 102, etc y los subintervalos, tales como de 100 a 144, de 155 a 170, de 197 a 200, etc., se enumeran de forma expresa. Para intervalos que contienen valores que son menores de uno o que contienen números fraccionarios mayores que uno (por ejemplo, 1,1, 1,5, etc.), se considera que una unidad es 0,0001, 0,001, 0,01 o 0,1, según sea apropiado. Para intervalos que contienen números de un solo dígito menores que diez (por ejemplo, 1 a 5), se considera típicamente que una unidad es 0,1. Estos son sólo ejemplos de lo que se pretende específicamente, y todas las posibles combinaciones de valores numéricos entre el valor más bajo y el valor más elevado enumerados, se deben considerar expresamente establecidas en la presente divulgación. Se proporcionan intervalos numéricos en la presente divulgación para, entre otras cosas, el peso molecular.

- 25 "Baja presión" y expresiones similares significan una presión inferior o igual a 2,1 MPa, típicamente presión en un intervalo de 0,7 a 2,1 MPa, más típicamente de 1 a 1,9 MPa e incluso más típicamente de 1,4 a 1,7 MPa.

"Alta presión" y expresiones similares significan, en el contexto de la preparación de una espuma PUR o PIR, una presión superior a 2,1 MPa, típicamente una presión en el intervalo de 2,1 a 40 MPa, más típicamente en el intervalo de 7 a 35 MPa y Aún más típicamente en un intervalo de 14 a 28 MPa.

- 30 "Potencial de calentamiento global" y expresiones similares son medidas relativas de cuánto calor atrapa un gas de efecto invernadero en la atmósfera. Compara la cantidad de calor atrapado por una cierta masa del gas en cuestión con la cantidad de calor atrapado por una masa similar de dióxido de carbono. GWP se calcula sobre un intervalo de tiempo específico, comúnmente 20, 100 o 500 años. El GWP se expresa como un factor de dióxido de carbono (cuyo GWP está estandarizado a 1). Por ejemplo, el GWP de metano de 20 años es de 72, lo que significa que si se introduce la misma masa de metano y dióxido de carbono en la atmósfera, el metano atraparé 72 veces más calor que el dióxido de carbono durante los próximos 20 años. "GWP bajo" significa un GWP a 20 años inferior a 72, preferiblemente menor que 50, más preferiblemente menor que 25 e incluso más preferiblemente menor que 10. "GWP elevado" significa un GWP a 20 años de 72 o más.

- 40 "Factor K" y expresiones similares significa la medida de calor que pasa a través de un pie cuadrado de material de 1 pulgada (2,54 cm) de espesor en una hora. Normalmente, los materiales de aislamiento tienen un factor K menor que 1. Cuanto menor es el valor de K, mejor es el aislamiento.

Proceso de formación de una espuma polimérica

- 45 En una realización, se introduce una primera fase de prepolímero con funcionalidad de hidrógeno reactivo, por ejemplo un polioliol, en la cámara de mezcla de un mezclador de baja presión, mientras que también se introduce una segunda fase de prepolímero con funcionalidad de isocianato simultáneamente en la misma cámara de mezcla del mezclador de baja presión. El dióxido de carbono y un agente de soplado de líquido pueden introducirse por separado a través de entradas separadas o combinarse con una o ambas de las fases de prepolímero primero y segundo. Opcionalmente, un tensioactivo, catalizador y/u otros componentes pueden introducirse por separado o mezclarse primero con una o ambas fases del prepolímero.

- 50 Las dos fases de prepolímero que se hacen reaccionar se combinan con un gas inerte para formar una mezcla final de mezcla líquida con burbujas retenidas y finamente divididas de dióxido de carbono de tamaño aproximadamente uniforme. El tiempo de residencia de los materiales dentro del mezclador desde la entrada hasta la salida puede variar con la naturaleza de los materiales, condiciones de operación del mezclador, pero típicamente el tiempo de residencia es de una fracción de segundo a menos de un minuto.

La expresión fase de prepolímero de isocianato se refiere a un líquido que no contiene sustancialmente ningún disolvente orgánico y también tiene al menos dos grupos isocianato por molécula. Dicho prepolímero de isocianato se refiere además a un prepolímero de isocianato en el que el contenido de disolvente orgánico en el prepolímero es de un 10 por ciento en peso o menos basado en el peso total de la fase de prepolímero. Para eliminar la etapa de retirada de disolvente orgánico, el contenido del disolvente orgánico puede ser, por ejemplo, de un 5 por ciento en peso o menos basado en el peso total de la fase de prepolímero; o en la alternativa, el contenido de disolvente orgánico puede ser de 1 por ciento en peso o menos basado en el peso total de la fase de prepolímero; o en otra alternativa, el contenido del disolvente orgánico puede ser de 1 por ciento en peso o menos basado en el peso total de la fase de prepolímero. En una realización preferida, la fase de prepolímero de isocianato no contiene ningún disolvente.

El peso molecular medio expresado en número del prepolímero de isocianato utilizado en la presente invención puede estar, por ejemplo, dentro del intervalo de materiales monoméricos a prepolímeros con un peso molecular medio expresado en número (Mn) de 1.000 a 200.000, típicamente de 1.000 a 50.000 en base de disolvente libre.

El prepolímero de isocianato usado en la presente invención se puede producir mediante cualquier procedimiento convencionalmente conocido, por ejemplo, proceso en disolución, proceso de fusión en caliente, o proceso de mezcla de prepolímero. Además, el prepolímero de isocianato se puede producir, por ejemplo, mediante un procedimiento para hacer reaccionar un compuesto de poliisocianato con un compuesto que contiene hidrógeno activo y los ejemplos incluyen, pero sin limitarse a, (i) un proceso para hacer reaccionar un compuesto de poliisocianato con un poliol sin usar un disolvente orgánico, y (ii) un proceso para hacer reaccionar un compuesto de poliisocianato con un compuesto de poliol en un disolvente orgánico, seguido de la retirada del disolvente.

Ejemplos del compuesto de poliisocianato incluyen diisocianato de 2,4-tolileno, diisocianato de 2,6-tolileno, diisocianato de m-fenileno, diisocianato de p-fenileno, diisocianato de 4,4'-difenilmetano, diisocianato de 2,4'-difenilmetano, diisocianato de 2,2'-difenilmetano, diisocianato de 3,3'-dimetil-4,4'-bifenileno, diisocianato de 3,3'-dimetoxi-4,4'-bifenileno, diisocianato de 3,3'-dicloro-4,4'-bifenileno, diisocianato de 1,5-naftaleno, diisocianato de 1,5-tetrahidronaftaleno, diisocianato de tetrametileno, diisocianato de 1,6-hexametileno, diisocianato de dodecametileno, diisocianato de trimetilhexametilen, diisocianato de 1,3-ciclohexileno, diisocianato de 1,4-ciclohexileno, diisocianato de xilileno, diisocianato de tetrametilxilileno, diisocianato de xilileno hidrogenado, diisocianato de lisina, diisocianato de isofoforona, diisocianato de 4,4'-diciclohexilmetano, diisocianato de 3,3'-dimetil-4,4'-diciclohexilmetano, isómeros de los mismos y/o combinaciones de dos o más de estos.

El prepolímero que contiene hidrógeno activo usado en la presente invención incluye, pero sin limitarse a, un compuesto que tiene un peso molecular comparativamente alto ("compuesto de peso molecular elevado") y un compuesto que tiene peso molecular comparativamente bajo ("compuesto de peso molecular bajo").

El Mn del compuesto de peso molecular elevado puede estar, por ejemplo, dentro de un intervalo de 300 a 50.000; o en la alternativa, dentro de un intervalo de 500 a 5.000. El peso molecular medio expresado en número del compuesto de peso molecular bajo puede ser, por ejemplo, inferior a 300. Estos compuestos que contienen hidrógeno activo pueden usarse solos, o pueden usarse dos o más tipos de ellos en combinación.

Entre estos compuestos que contienen hidrógeno activo, los ejemplos del compuesto de peso molecular elevado incluyen, pero sin limitarse a, polioles de poliéster alifáticos y aromáticos incluyendo polioles de poliéster basados en caprolactona, polioles de poliéster basados en aceite de semilla, cualesquiera polioles híbridos de poliéster/poliéter, polioles de poliéter basados en PTMEG; polioles de poliéter basados en óxido de etileno, óxido de propileno, óxido de butileno y mezclas de los mismos; polioles de policarbonato; polioles de poliactal, polioles de poliacrilato; polioles de poliesteramida; polioles de politioéter; polioles de poliolefinas tales como poliol de polibutadieno saturado o insaturado, poliol de politioéter, polioles de poliolefinas tales como poliol de polibutadieno, y así sucesivamente. Los compuestos que contienen hidrógeno activo también pueden comprender aminas primarias y secundarias, o prepolímeros terminados con una amina primaria o secundaria.

Como poliol de poliéster, se puede utilizar un poliol de poliéster, por ejemplo, obtenido por reacción de policondensación de un glicol y un ácido.

Ejemplos del glicol, que se pueden usar para obtener el poliol de poliéster, incluyen, pero sin limitarse a, etilenglicol, propilenglicol, 1,3-propanodiol, 1,4-butanodiol, 1,5-pentanodiol, 3-metil-1,5-pentanodiol, 1,6-hexanodiol, neopentilglicol, dietilenglicol, trietilenglicol, tetraetilenglicol, polietilenglicol, dipropilenglicol, tripropilenglicol, bishidroxietoxibenceno, 1,4-ciclohexanodiol, 1,4-ciclohexano-dimetanol, bisfenol A, mezcla de 1,3- y 1,4-ciclohexanodimetanol (UNOXOLTM-diol), bisfenol A hidrogenado, hidroquinona, y aductos de óxido de alquileo de los mismos. Estas especies de bajo peso molecular también se pueden usar directamente en el mezclador, al igual que sus aminas análogas.

Ejemplos de ácido, que se puede usar para obtener el poliol de poliéster, incluyen, pero sin limitarse a, ácido succínico, ácido adípico, ácido azelaico, ácido sebáico, ácido dodecanodicarboxílico, anhídrido maleico, ácido fumárico, ácido 1,3 ciclopentanodicarboxílico, ácido 1,4-ciclohexanodicarboxílico, ácido tereftálico, ácido isoftálico, ácido ftálico, ácido 1,4-naftalendicarboxílico, ácido 2,5-naftalendicarboxílico, ácido 2,6-naftalendicarboxílico, ácido

naftálico, ácido bifenildicarboxílico, ácido 1,2-bis(fenoxi)etano-p,p'-dicarboxílico, y anhídridos o derivados formadores de ésteres de estos ácidos dicarboxílicos; y ácido p-hidroxibenzoico, ácido p-(2-hidroxietoxi)benzoico y derivados formadores de ésteres de estos ácidos hidroxicarboxílicos.

- 5 También se puede usar un poliéster obtenido mediante reacción de polimerización de apertura de anillo de un compuesto éster cíclico tal como C-caprolactona, y copoliésteres del mismo.

Ejemplos del poliol de poliéter incluyen, pero sin limitarse a, compuestos obtenidos mediante reacción de poli-adición de uno o más tipos de compuestos que tienen al menos dos átomos de hidrógeno activos tales como etilenglicol, dietilenglicol, trietilenglicol, propilenglicol, trimetilenglicol, 1,3-butanodiol, 1,4-butanodiol, 1,6-hexanodiol, neopentilglicol, glicerina, trimetiloletano, trimetilolpropano, sorbitol, sacarosa, sacárido de aconita, ácido trimellítico, 10 ácido hemimellítico, ácido fosfórico, etilendiamina, dietilentriamina, triisopropanolamina, pirogalol, ácido dihidroxibenzoico, ácido hidroxifalico y 1,2,3-propanotritol con uno o más tipos entre óxido de etileno, óxido de propileno, óxido de butileno, óxido de estireno, epiclorhidrina, tetrahidrofurano y ciclohexileno.

Ejemplos de poliol de policarbonato incluyen, pero sin limitarse a, compuestos obtenidos por reacción de glicoles tales como 1,4-butanodiol, 1,6-hexanodiol y dietilenglicol, con carbonato de difenilo y fosgeno.

- 15 Entre los compuestos que contienen hidrógeno activo, el compuesto de bajo peso molecular es un compuesto que tiene al menos dos hidrógenos activos por molécula y tiene un peso molecular medio expresado en número inferior a 300, y ejemplos de los mismos incluyen, pero sin limitarse a, componentes de glicol usados como materias primas de poliol de poliéster; compuestos polihidroxicilos tales como glicerina, trimetiloletano, trimetilolpropano, sorbitol y pentaeritritol; y compuestos de amina tales como etilendiamina, 1,6-hexametilendiamina, piperazina, 2,5- 20 dimetilpiperazina, isofocondiamina, 4,4'-díciclohexilmetanodiamina, 3,3'-dimetil-4,4'-díciclohexilmetanodiamina, 1,4-ciclohexanodiamina, 1,2-propanodiamina, hidrazina, dietilentriamina y trietilentetraamina.

- El término "tensioactivos" se refiere a cualquier compuesto que reduzca la tensión superficial entre un líquido y un gas. Los tensioactivos no iónicos son útiles en la práctica de la presente invención e incluyen, pero sin limitarse a, 25 copolímeros de bloque que contienen óxido de etileno y tensioactivos de silicona, tales como alcohol etoxilado, ácido graso etoxilado, derivado de sorbitán, derivado de lanolina, nonilfenol etoxilado o polisiloxano alcoxilado. Dichos tensioactivos pueden contener funcionalidad de hidrógeno reactivo de manera que se puedan incorporar en el polímero en desarrollo.

- Los prepolímeros de poliuretano están típicamente ampliados con un expansor de cadena que se conoce bien por parte de los expertos en la técnica. Los agentes de soplado utilizados en la práctica de la presente invención son 30 típicamente líquidos a temperatura ambiente (por ejemplo, 23°C) e incluyen agua, agentes de soplado físicos y agentes de soplado químicos. Los agentes de soplado físicos líquidos son inertes frente a los componentes de alimentación y se vaporizan en las condiciones de la reacción de uretano. El punto de ebullición de estos compuestos es preferiblemente inferior a 50 °C. Los agentes de soplado físicos también incluyen compuestos que son gaseosos a temperatura ambiente y se introducen y/o disuelven en los componentes de alimentación a presión, 35 siendo ejemplos alcanos, más particularmente alcanos de bajo punto de ebullición y fluoroalcanos, más particularmente alcanos de bajo punto de ebullición y fluoroalcanos.

- Los agentes de soplado físicos se escogen normalmente entre el grupo que comprende alcanos y/o cicloalcanos que tienen al menos 4 átomos de carbono, éteres de dialquilo, ésteres, cetonas, acetales, fluoroalcanos que tienen de 1 40 a 8 átomos de carbono y tetraalquilsilanos que tienen 1 a 3 átomos de carbono en la cadena alquímica, más particularmente tetrametilsilano.

- Ejemplos son propano, n-butano, isobutano, ciclobutano, n-pentano, isopentano, ciclopentano, ciclohexano, éter 45 dimetilico, éter etil metílico, éter butil metílico, formiato de metilo, acetona y también fluoroalcanos que pueden degradarse en la troposfera y, por tanto, son menos nocivos para la capa de ozono, tales como trifluorometano, difluorometano, 1,1,1,3,3-pentafluorobutano, 1,1,1,3,3-pentafluoropropano, 1,1,1,2,3-pentafluoropropeno, 1-cloro-3,3,3-trifluoropropeno, 1,1,1,2-tetrafluoroetano, difluoroetano y 1,1,1,2,3,3,3-heptafluoropropano, y también perfluoroalcanos, tales como C3F8, C4F10, C5F12, C6F14 y C7F17. Se otorga preferencia particular a hidrocarburos, preferentemente pentanos, más particularmente ciclopentano. Los agentes de soplado físicos 50 mencionados se pueden usar solos o en cualquier combinación deseada entre sí.

- Los agentes de soplado químicos incluyen isocianato y agua (para poliuretanos), azo-, hidrazina y otros materiales basados en nitrógeno (para espumas termoplásticas y elastoméricas), y bicarbonato sódico (también conocido como 55 polvo de hornear, usado en espumas termoplásticas). Aquí los productos gaseosos y otros subproductos se forman por medio de una reacción(es) química(s), promovida(s) por el proceso o el calor exotérmico del polímero reactivo. Dado que la reacción de soplado se produce formando compuestos de bajo peso molecular que actúan como gas de soplado, típicamente también se libera calor exotérmico adicional.

- El dióxido de carbono se usa como adyuvante de agente de soplado en la práctica de la presente invención. El dióxido de carbono es gaseoso cuando se mezcla con uno o más de los otros componentes del proceso.

En una realización, se utiliza un agente de soplado físico en combinación con dióxido de carbono en estado gaseoso. En una realización, se utiliza un agente de soplado químico en combinación con dióxido de carbono en estado gaseoso. En una realización, se utiliza una mezcla de agentes de soplado físicos y químicos en combinación con dióxido de carbono en estado gaseoso.

- 5 Otros agentes de soplado de interés incluyen las mezclas de heptafluorobutenos y tetrafluoropropenos como se describe en el documento USP 7.563.384.

Los agentes de soplado usados en la práctica de la presente invención se usan en cantidades conocidas y de formas conocidas. La relación en peso de dióxido de carbono con respecto a otro agente de soplado, particularmente un hidrocarburo tal como ciclopentano, puede variar ampliamente de 99:1 a 1:99, o de 90:10 a 10:90, o de 80:20 a 20:80, o de 70:30 a 30:70, o de 60:40 a 40:60, o 50:50.

Los catalizadores usados típicamente en la práctica de la presente invención incluyen aquellos conocidos como útiles para facilitar la producción de poliuretano. Los catalizadores incluyen catalizadores metálicos y no metálicos. Ejemplos de la parte metálica de los catalizadores metálicos útiles en la presente invención incluyen los compuestos de estaño, titanio, zirconio, plomo, hierro, cobalto, antimonio, manganeso, bismuto y zinc. En una realización, los compuestos de estaño útiles para facilitar la reticulación en las composiciones sellantes incluyen: compuestos de estaño tales como dilaurato de dibutilestaño, diacetato de dibutilestaño, dimetóxido de dibutilestaño, octoato de estaño, triceroato de de dibutilestaño, óxido de dibutilestaño solubilizado, bis-diisooctilftalato de dibutilestaño, bis-tripropoxisilil dioctilestaño, bis-acetilacetona de dibutilestaño, dióxido de dibutilestaño sililado, tris-uberato de carbometoxifenil estaño, triceroato de isobutilestaño, dibutirato de dimetilestaño, di-neodecanoato de dimetilestaño, tartarato de trietilestaño, dibenzoato de dibutilestaño, oleato de estaño, naftenato de estaño, tri-2-etilhexilhexoato de butilestaño y butirato de estaño y similares. El catalizador se utiliza en cantidades conocidas y de manera conocida, por ejemplo, sobre un soporte de uno o ambos componentes de poliuretano o poliisocianurato en una cantidad típicamente de 0,001 a 5, más típicamente de 0,01 a 2, por ciento en peso (% en peso) basado en el peso de la espuma.

Los gases inertes utilizados en la práctica de la presente invención incluyen, pero sin limitarse a, gases nobles, nitrógeno y cualquier otro gas que no reaccione con los otros componentes de la mezcla en condiciones de mezcla. La cantidad de gas y la velocidad de adición de gas varían con la aplicación. El contenido máximo de gas viene determinado por la capacidad de mantener el líquido como fase continua. El contenido mínimo de gas viene determinado por los requisitos de la aplicación final. Los líquidos se añaden sin gas, es decir, no hay gas en los líquidos antes de la entrada en la primera pasada. Típicamente, si las corrientes de gas y líquido se unen de forma simple (por ejemplo, se mezclan en una unión con forma de T de las tuberías de intersección), se forman espumas no uniformes.

Los componentes de isocianato y/o poliol de la presente invención también pueden incluir uno o más tensioactivos, típicamente un tensioactivo no iónico, tal como polietilenglicol, polipropilenglicol, aceite de ricino etoxilado, etoxilato de ácido oleico, etoxilatos de alquilfenol, copolímeros de óxido de etileno y óxido de propileno, copolímeros de siliconas y poliéteres, copolímeros de siliconas y óxido de etileno y/u óxido de propileno. El tensioactivo, si se usa, se usa típicamente en una cantidad tal que el producto de espuma comprende de 0,1 a 10, más típicamente de 0,5 a 8 e incluso más típicamente de 1 a 6 % en peso del tensioactivo.

Los siguientes ejemplos son ilustrativos de la invención.

40 Ejemplos

Ejemplo 1

Formulación 1

La formulación 1 es una formulación de línea de base que no contiene gas dióxido de carbono añadido. La formulación 2 es la formulación 1 con gas dióxido de carbono añadido al poliol y mezclas de isocianato. Utilizando un nuevo ensayo de evaluación, la Formulación 2 demuestra la mejora en la resistencia frente a fugas que se produce en un molde de fuga simulada mediante la adición del dióxido de carbono y la mejora en la formulación de espuma que se obtiene sin tener que usar un mezclador estático "mezclador posterior").

Se prepara una mezcla de poliol en un barril de 56,8 litros (15 galones) usando la formulación que se muestra en la Tabla 1 comenzando con una "premezcla" sin pentano y luego añadiendo el pentano y haciendo pasar sobre un rodillo de tambor para llevar a cabo la mezcla. Después de mezclar, la mezcla se transfiere a un cilindro de metal de 64,4 litros (17 galones). Se añade isocianato de Papi 27 a un cilindro diferente de 64,4 l (17 galones). La mezcla se considera un sistema de "colada", lo que significa que el agente de soplado físico es un líquido y no tiene, o apenas tiene, formación de espuma a la salida de la pistola aplicadora. La mezcla de polioles y los lados de isocianato es, en general, pobre a menos que se utilice un mezclador estático ('mezclador posterior') en el extremo de la pistola aplicadora. Se puede usar un tubo de 30 cm (12 pulgadas) con la mezcla estática para mejorar aún más la mezcla de los componentes.

Tabla 1

<u>Formulación 1</u>	
Voracor® CR 1023	%
Voranol 360	33,47
Voranol 490	22,51
Voranol RA 640	3,49
Voranol 800	3,49
Voratec SD 301	16,76
Terate 2031	3,49
Polycat 5	0,41
Polycat 8	0,41
Tegostab B-8462	2,25
Agua	1,91
Cyclopentane IP 85	11,81
Total	100

VORACOR CR 1023 es un sistema de componentes para la fabricación de espuma de poliuretano y está disponible en The Dow Chemical Company.

- 5 VORANOL 360, 490, RA 640 y 800 son polioles de poliéter disponibles de The Dow Chemical Company.

VORATEC SD 301 es un triol de poliéter de baja viscosidad, iniciado con glicerina, disponible en The Dow Chemical Company.

TERATE 2031 es un polioli de poliéster aromático disponible en Invista.

- 10 POLICAT 5 y 8 son aminas líquidas (pentametildietilentriamina) y N, N-dimetilciclohexilamina, respectivamente, agentes de soplado disponibles de Air Products.

TEGOSTAB B-8462 es estabilizador rígido de espuma disponible en Evonik.

- 15 Los dos cilindros están unidos a un equipo ELIMINATOR seguro para hidrocarburos. El ELIMINADOR seguro para hidrocarburos es un equipo disponible a nivel comercial. La proporción de mezcla de isocianato/poliol se ajusta a 100/80 +/- 2. El caudal nominal es de 5,4 kg/minuto (12 lb/minuto). En un tipo de ensayo, no se utiliza ninguna mezcla posterior. En otro tipo de ensayo, se utiliza un mezclador posterior con tubo de 30 cm (12 pulgadas) de longitud.

Formulación 2

- 20 Se utiliza la mezcla de polioli de la Formulación 1. La presión en el cilindro es de aproximadamente 40 psi (276 kPa). El espacio superior es nitrógeno. Se une un tubo flexible de alta presión desde el cilindro de gas de dióxido de carbono hasta la mezcla de polioles y se añade dióxido de carbono hasta que se alcanza 200 psi (1,4 MPa). Se desconecta el tubo flexible y el cilindro se hace rodar para mezclar el dióxido de carbono. La presión en el cilindro

disminuye en 20-30 minutos y se agrega dióxido de carbono de nuevo hasta que se alcanzan 200 psi (1,4 MPa). Se hacen varias adiciones de dióxido de carbono hasta que haya menos de un 5 % de disminución de presión por debajo de 200 psi (1,4 MPa) después de la rodadura. Se repite el procedimiento para el lado isocianato. La Tabla 2 muestra la cantidad añadida a cada cilindro por aumento de peso.

5

Tabla 2

Formulación 2			
Mezcla	Peso de material en el cilindro antes de CO ₂	Cantidad CO ₂ Añadida	% CO ₂
Poliol	67,3 libras (30,5 kg)	1,6 kg (0,6 kg)	2.32
Isocianato	39,3 libras (17,8 kg)	3,1 libras (1,4 kg)	

Se captura un suministro de diez segundos de la mezcla de polioli y las mezclas de isocianatos en grandes recipientes de papel. La mezcla de polioli tuvo burbujas muy finas y resultó estable durante al menos diez minutos. La parte de espuma tuvo aproximadamente 9,5 veces el volumen del líquido restante. La mezcla de isocianato tuvo burbujas más grandes y pareció mostrar una estabilidad aceptable, pero no tan estable como la mezcla de polioles. La espuma espumosa tuvo aproximadamente 5 veces el volumen del isocianato líquido. El menor volumen de espuma del isocianato, aunque se añadió un mayor porcentaje al cilindro, puede deberse a la pérdida de dióxido de carbono en la salida de la pistola aplicadora, entre otros factores.

10

Resultados

15 Aspecto de espuma y naturaleza de espuma

Sin mezclador posterior

La formulación 1 era líquida a la salida de la pistola aplicadora. Las muestras de ensayo de espuma procedentes de muestras de crecimiento libre fueron muy bastas y presentaron mezcla pobre. La densidad del núcleo fue de 1,6 lb/pie³ (25,6 kg/m³). La formulación 2 era muy espumosa a la salida de la pistola aplicadora. La espuma procedente de la muestra de bolsa de crecimiento libre mostró una mejora significativa en la formulación de espuma y, típicamente, la espuma tenía células finas. Esto demuestra que el dióxido de carbono es capaz de mejorar significativamente la mezcla en un Eliminador sin mezclador posterior. La densidad del núcleo de la muestra de la bolsa de crecimiento libre fue 1,30 lb/pie³ (20,8 kg/m³). Se produjo cierta contracción con la espuma y hubo algunos huecos de gran tamaño.

20

25 Con Mezclador posterior y tubo de 12 pulgadas (30 cm)

La formulación 1 fue líquida a la salida del tubo. La espuma fue de buena calidad y tenía células finas. La densidad de núcleo de las muestras de crecimiento libre fue de 1,48 lb/pie³ (23,7 kg/m³). La formulación 2 abandonó el tubo con una característica espumosa, similar a, pero no tan amplia como en el caso de ausencia de mezclador posterior y tubo. La espuma fue de buena calidad y tenía células finas. La densidad del núcleo fue 1,42 lb/pie³ (22,7 kg/m³).

30 Ensayo de resistencia frente a fugas

La resistencia frente a fugas de una formulación depende del diseño específico del molde del usuario final, las tolerancias y cualquier elemento de unión. Como cada molde es diferente, no se pueden simular todos los moldes en el laboratorio. Sin embargo, se desarrolló un ensayo de fuga simulada para permitir la comparación de la formación de espuma de las formulaciones que pudieran estar relacionadas con la capacidad de la formulación para resistir las fugas en moldes susceptibles de fuga. Este ensayo simulado consistía en fijar una pantalla de ventana común al lado de una caja de cartón de 18 "X18" X16 " (46 cm x 46 cm x 41 cm) que tenía uno de sus lados retirado. Las formulaciones líquidas de "colada" tienden a fluir a través de los orificios de la pantalla de ventana mientras que la espuma espumosa no presenta dicha tendencia. Se configura una caja de cartón como se ha descrito anteriormente con el lado de la pantalla hacia el lado y la configuración de la caja en la parte superior de otra caja. Se proporcionar un disparo de cinco segundos (~450 gramos) en la parte inferior de la caja con la pantalla, justo a continuación de la pantalla. Inmediatamente después del suministro, la caja se da vuelta sobre otra caja de modo que el material fluya sobre la pantalla. Después de ajustar, se calcula el porcentaje de espuma que ha quedado retenida encima de la pantalla, debajo de la pantalla pero unida a la pantalla y el que ha caído dentro de la caja inferior.

35

40

La Tabla 3 presenta los resultados. Hay un aumento significativo de la cantidad de material que queda retenido en la pantalla para la formulación que tiene el dióxido de carbono, lo que demuestra que el dióxido de carbono añadido mejora la resistencia frente a fugas del sistema de colada (tal como la Formulación 1) en el molde. La tercera formulación mostrada en la tabla es una formulación de tipo tradicional que utiliza el agente de soplado gaseoso de

45

- 5 bajo GWP HFO-1234ze en lugar del HFC-134a en los lados de polioli e isocianato. Se utiliza un mezclador posterior y un tubo de 12 pulgadas (30 cm) con esta formulación. Como se trata de una formulación de tipo "espuma", se conserva casi el 100 % de la formulación sobre la pantalla. La cuarta formulación es una formulación diferente que contiene el agente de soplado de bajo GWP líquido 24 % FEA-1100 en el lado polioli y ninguno en el lado isocianato. Al igual que la Formulación 1, se trata de un sistema de "colada" que se procesa con un mezclador posterior/tubo de 12 pulgadas (30 cm). Los resultados muestran que un porcentaje significativo experimenta fuga a través de la pantalla. Un beneficio adicional del uso de dióxido de carbono es la ligera reducción de la densidad del núcleo.

Tabla 3

Resultados de la prueba de fugas en la pantalla				
Descripción de la formulación	Tipo	% Sobre la pantalla	% Debajo de la pantalla (adjunta)	% En la caja inferior
Voracor CR 1023	Colada	62	15	23
Voracor CR 1023 con CO2	Espuma de CO2	96	4	0
Delta-Therm AG3001 con HFO-1234ze y HFO-1233zd	Espuma	100	0	0
Delta-Therm AG3001 con FEA-1100	Colada	22	5	73

10 Ejemplo 2

Equipo

Se utiliza un mezclador de impacto de baja presión ELIMINATOR capaz de manipular con seguridad mezclas inflamables.

Procedimientos

- 15 La verificación de la operación de ventilación a partir de la campana de ventilación y el barrido del piso se realiza con un medidor de flujo. Se mide el porcentaje de hidrocarburo para asegurarse que es 0 ppm. Los cilindros se purgan con nitrógeno antes del llenado con la formulación inflamable. Se usa nitrógeno, no aire, como fuente de presión sobre los cilindros durante la operación. Si se utilizan moldes, los moldes se someten a eliminación de energía y se purgan con nitrógeno antes de suministrar la espuma. Los cilindros se conectan a tierra durante el funcionamiento
- 20 utilizando un sistema de verificación de conexión a tierra. El ELIMINADOR seguro frente a hidrocarburos se conecta a tierra durante la operación utilizando un dispositivo de verificación de conexión a tierra. La espuma se suministra en recipientes no estáticos (bolsas que no sean de plástico). Se usan herramientas no estáticas para las tareas en las que el material inflamable puede quedar expuesto al medio ambiente (fijación/separación de los tubos flexibles de Stratoflex, ajuste de la proporción A/B en el equipo de suministro, etc.).
- 25 El presente ejemplo ilustra las propiedades de procesamiento y espuma de una formulación de espuma inflamable preparada usando el ELIMINADOR seguro frente a hidrocarburos. El agente de soplado es HFO-1234ze y HFC-245fa. HFO-1234ze es un agente de soplado gaseoso de bajo GWP que tiene un punto de ebullición de -19°C y disponible de Honeywell.

Preparación de la mezcla de polioles

- 30 La formulación utilizada en el presente Ejemplo 2 se muestra en la Tabla 4. La mezcla, menos HFO-1234ze, se añade a un cilindro de 17 galones (64,4 l). Se añade HFO-1234ze y la mezcla se hace rodar sobre un rodillo de tambor hasta que se homogeneiza.

Tabla 4

<u>Formulación del Ejemplo 2</u>			
Material	Porcentaje	Libras	kg
Voranol 360	34,79	48,71	22,1
Voranol 270	17,71	24,80	11,2
Voranol 391	17,29	24,20	11,0
Fyrol PCF	5,62	7,87	3,57
Polycat 8	0,29	0,40	0,18
Trietilamina	0,60	0,84	0,38
Alfa-metil estireno	0,04	0,05	0,02
TEP	2,42	3,39	1,5
Tegostab B 8465	1,78	2,49	1,1
Agua	1,89	2,65	1,2
245fa	7,54	10,56	4,8
HFO-1234ze	10,03	14,04	6,4

Preparación de la mezcla de isocianato

- 5 Se añade PAPI 27 a un cilindro de 17 galones (64,4 l). PAPI son diisocianatos de metilen difenilo poliméricos (MDI), por ejemplo polifenilisocianatos de polimetileno, que contienen MDI y están disponibles en The Dow Chemical Company.

Operación

- 10 Este ensayo se lleva a cabo un día después de añadir HFO-1234ze a la formulación. La sala está preparada para usar el ELIMINADOR seguro frente a hidrocarburos con mezclas inflamables. El ELIMINADOR seguro frente a hidrocarburos se conecta a tierra usando el equipo de verificación de la conexión a tierra. Se comprueba que la mezcla de polioles y los cilindros de isocianato están conectados a tierra utilizando un equipo de verificación de conexión a tierra. La mezcla de polioles y los cilindros de isocianato se unen al tren de tubos flexibles del ELIMINADOR seguro frente a hidrocarburos utilizando herramientas que no generan chispas. Se suministra nitrógeno a la mezcla de polioles y cilindros de isocianato a 235 psi (1,6 MPa). La unidad de control del ELIMINADOR seguro frente a hidrocarburos se purga con aire. Se conectar el ELIMINADOR seguro frente a hidrocarburos a una salida de Clase 1 y se enciende el interruptor. Una unión de mezclador estático de plástico de tres etapas (conocido como "mezclador posterior") con un tubo de 12 pulgadas (30 cm) de largo está opcionalmente unida a la pistola de suministro. Se abren las válvulas de material de los cilindros. Se une una línea de aire a la pistola de suministro. Se abren las válvulas de obturación de la pistola del dispositivo de suministro. El tiempo de duración del disparo se establece en 10 segundos. Se hacen ajustes a los controladores de flujo de la pistola del elemento de suministro para conseguir la proporción deseada de mezcla de isocianato/poliole. Se toman muestras de espuma de 10 segundos. Se determina la reactividad. Se calienta un molde Brett a 85 °F (30 °C). Se aplica el agente de liberación a la superficie del molde. Antes de preparar la muestra, el molde se somete a eliminación de energía, se conecta a tierra y luego se purga con nitrógeno. Se recogen muestras del molde de Brett. Se determinan las densidades de núcleo a partir de muestras de 10 segundos preparadas en el ELIMINADOR. Se determinan las propiedades convencionales para las muestras de molde de Brett.

Ejemplo 2A

La proporción final de mezcla de isocianato/poliol es de 100/95. El Ejemplo 2A se procesa sin mezclador estático o tubo de 12 pulgadas (30 cm) de longitud.

Resultados

- 5 La espuma sale del ELIMINADOR con un aspecto espumoso y no exhibe estrías ni mezcla inadecuada observable durante el proceso de suministro. Los cubos cortados a partir de las muestras mostraron algunas estrías. El molde de Brett tenía una densidad de sobre-embalaje de aproximadamente un 6 % (basado en una densidad de relleno mínima de los ensayos de alta presión con el mismo material). La muestra del molde de Brett mostró una contracción de aproximadamente el 25 % de la superficie, lo que indica una mezcla incompleta. Las propiedades se muestran en la Tabla 5.

10 Ejemplo 2B

El Ejemplo 2B se procesa con un mezclador estático de plástico de tres vías con un tubo de plástico de 12 pulgadas de largo unido al extremo del mezclador estático. Se usa aire para mejorar la mezcla a través del mezclador estático. El caudal de aire es de 1-2 pies³/minuto (0,028-0,056 m³/minuto).

Resultados

- 15 La espuma sale del ELIMINADOR con un aspecto espumoso y no exhibe estrías visuales durante la formación de espuma. Los cubos cortados a partir del centro de las muestras de 10 segundos tienen un buen aspecto visual y ninguna indicación de mezcla incompleta. La muestra del molde de Brett es aproximadamente un sobre-embalaje de 2 %. Las muestras cortadas del molde Brett tienen un buen aspecto de espuma y no hay una contracción observable de la espuma que pudiera indicar una mezcla inadecuada. Estas propiedades también se muestran en la Tabla 5.

20

Tabla 5

<u>Propiedades de los Ejemplos 2A y 2B Espumas</u>		
NB201100909-961	Ejemplo 2A	Ejemplo 2B
Caudal libras/minuto (kg/minuto)	13,4 (215)	13,1 (210)
Tiempo de gel (segundos) - <i>Temperatura del material</i>	119	120
Densidad de crecimiento libre - lbs/pie ³ (kg/m ³)	1,41 (22,6)	1,41 (22,6)
MUESTRAS DE MOLDE DE BRETT		
Densidad de llenado mínima aproximada - lbs/pie ³ (kg/m ³)	1,97 (31,6)	1,97 (31,6)
Índice de Flujo (Min. Densidad de llenado/Densidad de núcleo de crecimiento libre)	1,40	1,40
Sobre-embalaje estimado (%)	6 %	2 %
Densidad Aplicada - lbs/pie ³ (kg/m ³)	2,09 (33,5)	2,01 (32,2)
Distribución media de la densidad - libras/pie ³ (kg/m ³)	0,032 (0,5)	0,05 (0,8)
Densidad del núcleo - lbs/pie ³ (kg/m ³)	2,07 (33,2)	1,81 (29)
Contenido de células cerradas (%)	97,5	97,1
Factor K - Btu * pulgada/pie ² * h * °F (vatio/metro-K)		
(Media -5/45/20F)	0,135 (0,0195)	0,131 (0,0189)

<u>Propiedades de los Ejemplos 2A y 2B Espumas</u>		
NB201100909-961	Ejemplo 2A	Ejemplo 2B
(Media 30/80/55F)	0,146 (0,021)	0,142 (0,02)
(50/100/75 media)	0,16 (0,023)	0,155 (0,022)
Resistencia a la compresión - lbs/pie ² (Pa)	20,4 (980)	12,3 (590)
Estabilidad dimensional (% de cambio)		
14 Días en Congelador a -20 °F (-29 °C)	-0,3	0,1
14 Días a 158 °F (70 °C) / HR al 0%	0,2	0,5
14 Días a 158 °F (70 °C) / 97% HR	18,4	22,6

Ejemplo 3 (comparativo)

Este ejemplo ilustra las propiedades de procesado y espuma de una formulación inflamable que no contiene espuma preparada usando el ELIMINADOR seguro frente a hidrocarburos. El agente de soplado es Cyclopentane IP 85 fabricado por Haltermann Chemicals. Es una mezcla de, nominalmente, 85 % de ciclopentano, siendo el equilibrio isopentano y otros hidrocarburos. La formulación sometida a ensayo en el Ejemplo 3 se muestra en la Tabla 6.

Tabla 6

<u>Formulación Pentano VORACOR CR 1023</u>		
Voracor [®] CR 1023	%	Libras (kg)
Voranol 360	33,47	33,47 (15,18)
Voranol 490	22,51	22,51 (10,21)
Voranol RA 640	3,49	3,49 (1,58)
Voranol 800	3,49	3,49 (1,58)
Voratec SD 301	16,76	16,76 (7,60)
Terate 2031	3,49	3,49 (1,58)
Polycat 5	0,41	0,41 (0,19)
Polycat 8	0,41	0,41 (0,19)
Tegostab B-8462	2,25	2,25 (1,02)
Agua	1,91	1,91 (0,87)
Cyclopentane IP 85	11,81	11,81 (5,36)

Formulación Pentano VORACOR CR 1023		
Voracor® CR 1023	%	Libras (kg)
Total	100	100 (45,36)

Preparación de la mezcla de polioles

- 5 Los ingredientes mezclados, menos el Cyclopentane IP 85, se añaden a un barril de 56,8 litros (15 galones). Se añade IP 85 al barril y el barril se hace rodar sobre un rodillo de tambor hasta que se mezcla. Se purgar con nitrógeno un cilindro de 17 galones (64,4 l) diseñado para mezclas de polioles inflamables. La mezcla se añade al cilindro.

Preparación de mezcla de isocianatos

Se añade PAPI 27 a un cilindro de 17 galones (64,4 l).

Operación

- 10 La sala está preparada para usar el ELIMINADOR seguro frente a hidrocarburos con mezclas inflamables. El ELIMINADOR seguro frente a hidrocarburos se conecta a tierra usando el equipo de verificación de conexión a tierra. Se verifica que la mezcla de polioles y los cilindros de isocianato están conectados a tierra utilizando un equipo de verificación de conexión a tierra. La mezcla de polioles y los cilindros de isocianato se unen al tren de tubos flexibles del ELIMINADOR seguro frente a hidrocarburos utilizando herramientas que no producen chispas.
- 15 Se suministra nitrógeno a la mezcla de polioles y cilindros de isocianato a 235 psi (1,6 MPa). La unidad de control ELIMINATOR segura frente a hidrocarburos se purga con aire. El ELIMINADOR seguro frente a hidrocarburos se conecta a una salida de Clase 1 y se enciende el interruptor de encendido. Se une una unión de mezclador estático de plástico de tres etapas (conocido como "mezclador posterior") con un tubo de 12 pulgadas (30 cm) de largo a la pistola dispensadora. Se abren las válvulas de material de los cilindros. Se une una línea de aire a la pistola de suministro. El caudal de aire a través de la pistola de suministro se ajusta a 1-2 pie³/minuto (0,028-0,056 m³/minuto).
- 20 Se abren las válvulas de obturación de la pistola de suministro. El tiempo de duración de disparo se establece en 10 segundos. Se hacen ajustes a los controladores de flujo de la pistola de suministro para conseguir la proporción deseada de mezcla isocianato/poliol de 100/81. Se recogen muestras de espuma de 10 segundos. Se determina la reactividad. Se calienta un molde Brett a 113 °F (45 °C). El agente de liberación se aplica a la superficie del molde.
- 25 Antes de la preparación de la muestra, se somete el molde a eliminación de energía, se conecta a tierra y posteriormente se purga con nitrógeno. Se recogen muestras de molde de Brett. Las densidades del núcleo se determinan a partir de muestras de 10 segundos preparadas a partir de ELIMINADOR. Se determinan las propiedades convencionales para las muestras de molde Brett.

Resultados

- 30 La espuma se procesó bien a través del ELIMINADOR seguro frente a hidrocarburos. Pareció que los cubos cortados a partir del centro de las muestras de crecimiento estaban bien mezclados sin estrías. Las muestras preparadas en el molde de Brett tenían buen aspecto. La Tabla 7 muestra las propiedades de las muestras de crecimiento libre y de Brett. Las muestras de Brett se preparan con una densidad de sobre-embalaje de 5 % (Ejemplo 3A), una densidad de sobre-embalaje de 10 % (Ejemplo 3B) y una densidad de sobre-embalaje de 15 % (Ejemplo 3C).
- 35

Tabla 7

Propiedades de espuma			
	Ejemplo 3A, 3B y 3C		
Caudal (libras/minuto)	120,3 (5,6 kg / minuto)		
Tiempo de gel (segundos) - 64F temperatura del material.	90		
Densidad de crecimiento libre (lbs/ft ³)	1,48 (23,7 kg/m ³)		
MUESTRAS DE MOLDE DE BRETT			
Densidad de llenado mínima (lbs/ft ³)	1,95 (31,2 kg/m ³)		
Índice de Flujo (Min. Densidad de llenado / Densidad de núcleo de crecimiento libre)	1,32		
	Muestra 2A	Muestra 2B	Muestra 2C
Sobre-embalaje (%)	5 %	10 %	15 %
Densidad Aplicada (lbs/ft ³)	2,08	2,18	2,27
Densidad Aplicada (kg/m ³)	33,3	34,9	36,4
Distribución de la densidad media (lbs/ft ³)	0,0355	0,0334	0,0255
Distribución de densidad media (kg / m ³)	0,57	0,535	0,41
Densidad del núcleo (lbs/ft ³)	1,81	1,88	1,93
Densidad del núcleo (kg/m ³)	29,0	30,1	30,9
Contenido de células cerradas (%)	92,1	94	93,7
Factor K (50/100 / 75F media) / (Btu*pulgada/pie ² *h*°F)	0,156	0,156	0,157
Factor K (kW/m*K)	2,25	2,25	2,26
Resistencia a la compresión (lbs/ft ²)	13,4	17	18,8
Resistencia a la compresión (kPa)	0,64	0,81	0,9
Estabilidad dimensional (% de cambio)			
14 días Congelador a -20 °F	-0,4	-0,7	-0,9
28 días Congelador a -20 °F	-0,5	0,1	-0,2
14 días a 158 °F (70 °C) / HR al 0 %	0,5	-0,5	-0,5
28 días a 158 °F (70 °C) / HR al 0 %	0,8	0,5	0,6

<u>Propiedades de espuma</u>			
	Ejemplo 3A, 3B y 3C		
14 días a 158 °F (70 °C) / HR al 97 %	8,6	7,1	8,2
28 días a 158 °F (70 °C) / HR al 97 %	8,7	7,8	9,0

Ejemplo 4 (comparativo)

5 El Ejemplo 4 ilustra las propiedades de procesado y espuma de una formulación inflamable que no es de espuma que contiene un aducto de dióxido de carbono para impartir cierta formación de espuma a la espuma poco después del suministro. El agente de soplado es Cyclopentane IP 85 fabricado por Haltermann Chemicals. Es una mezcla de, nominalmente, 85 % de ciclopentano, siendo el equilibrio material de isopentano y otros hidrocarburos. El aducto de dióxido de carbono es SPECFLEX NR 556. La formulación sometida a ensayo en el presente ejemplo se muestra en la Tabla 8.

Tabla 8

<u>Pentano del Ejemplo 4</u>			
NB201100909-231	Porcentaje	Libras	kg
Voranol 360	32,620	26,55	12
Voranol 490	21,947	17,87	8,1
DSD 301	16,349	13,31	6,05
Voranol 800	3,406	2,77	1,26
Voranol RA 640	3,406	2,77	1,26
Terate 2031	3,406	2,77	1,26
Polycat 5	0,404	0,33	0,15
Polycat 8	0,404	0,33	0,15
Tegostab B-8462	2,193	1,79	0,81
Agua	1,866	1,52	0,69
IP85			
Specflex NR 556	4	3,26	1,48
IP 85	10	8,14	3,69
Total	100,00	81,40	36,9

10

Un sistema líquido de colada, tal como uno en el que el agente de soplado físico es un líquido, como Cyclopentane IP 85, tiene una limitación de uso para aquellos usuarios finales que tienen moldes que no están ajustados suficientemente para mantener un sellado hermético con un sistema líquido de “colada”. Una ventaja de una

- 5 formulación que contiene un agente de soplado físico que es un gas es que la espuma sale de la pistola de suministro en un estado espumoso que confiere a la espuma de formación las características de viscosidad que le permiten permanecer en moldes susceptibles de fuga, sin presentar fuga alguna. Se ha demostrado que los aductos de dióxido de carbono confieren una característica espumosa a las formulaciones de poliuretano, no de forma inmediata en la boquilla de suministro, sino poco después de producirse el suministro de la espuma. Este ejemplo demuestra el procesamiento de una formulación que contiene un aducto de dióxido de carbono (SPECFLEX NR 556) a través de ELIMINADOR seguro frente a hidrocarburos.

Reparación de mezcla de polioles

- 10 Los ingredientes mezclados, menos Cyclopentane IP 85, se añaden a un barril de 56,8 litros (15 galones). Se añade IP 85 al barril y se hace rodar el rodillo de tambor hasta que se mezcla. Se purga un cilindro de 17 galones (64,4 l) diseñado para mezclas de polioles inflamables con nitrógeno. La mezcla se añade al cilindro.

Preparación de la mezcla de isocianatos

Se añade PAPI 27 a un cilindro de 17 galones (64,4 l).

Operación

- 15 La sala está preparada para usar el ELIMINADOR seguro frente a hidrocarburos con mezclas inflamables. El ELIMINADOR seguro frente a hidrocarburos se conecta a tierra usando el equipo de verificación de conexión a tierra. Se verifica que la mezcla de polioles y los cilindros de isocianato están conectados a tierra utilizando un equipo de verificación de conexión a tierra. La mezcla de polioles y los cilindros de isocianato se unen al tren de tubos flexibles del ELIMINADOR seguro frente a hidrocarburos utilizando herramientas que no producen chispas. Se suministra nitrógeno a la mezcla de polioles y cilindros de isocianato a 235 psi (1,6 MPa). La unidad de control de ELIMINADOR segura frente a hidrocarburos se purga con aire. El ELIMINADOR seguro frente a hidrocarburos se conecta a una salida de Clase 1 y se enciende el interruptor de encendido. Se une una unión de mezclador estático de plástico de tres etapas (conocido como "mezclador posterior") con un tubo de 12 pulgadas (30 cm) de largo a la pistola de suministro. Se abren las válvulas de material de los cilindros. Se une una línea de aire a la pistola de suministro. El caudal de aire a través de la pistola de suministro se ajusta a 1-2 pie³/minuto (0,028-0,056 m³/minuto). Se abren las válvulas de obturación de la pistola de suministro. El tiempo de duración de disparo se establece en 10 segundos. Se hacen ajustes a los controladores de flujo de la pistola de suministro para conseguir la proporción deseada de mezcla isocianato/poliol de 100/76. Se recogen muestras de espuma de 10 segundos. Se determina la reactividad. Se calienta un molde Brett a 113 °F (45 °C). El agente de liberación se aplica a la superficie del molde. 30 Antes de la preparación de la muestra, se somete el molde a eliminación de energía, se conecta a tierra y posteriormente se purga con nitrógeno. Se recogen muestras de molde de Brett. Las densidades del núcleo se determinan a partir de muestras de 10 segundos preparadas a partir de ELIMINADOR. Se determinan las propiedades convencionales para las muestras de molde Brett.

Resultados

- 35 La espuma se procesa a través del ELIMINADOR seguro frente a hidrocarburos sin estrías visibles evidentes. Se preparan tres moldes de Brett con un sobre-embalaje de 5 %. Las muestras del molde de Brett tuvieron buen aspecto externo. Se desarrolla un ensayo para simular un suministro en un molde susceptible de fuga. Se prepara una caja de cartón de 18 "X18" X18 "(46cmX46cmX46cm) con el lado superior abierto y uno de los lados cortado y cubierto con una pantalla de ventana (muy abierta). Se suministra una muestra de cinco segundos sobre el fondo de la caja de cartón y se inclina inmediatamente la caja para que el material fluya hacia el lado con la pantalla de la ventana. Varios minutos más tarde, después de la formación de gel, la caja se inclinó hacia arriba. Se determina lo siguiente: (1) la cantidad de espuma en la parte superior de la pantalla, (2) la cantidad de espuma que fluyó a través de la pantalla pero se mantuvo unida a la pantalla y (3) y la cantidad de espuma que cayó sobre la caja inferior. El ochenta y ocho por ciento de la espuma quedó por encima de la pantalla, el 12 % pasó a través de la pantalla pero permaneció unido a la pantalla y el 0 % cayó por debajo de la pantalla la caja inferior. Esto demuestra que el material formó espuma de forma suficiente en un corto tiempo después del suministro para evitar que el volumen del material fluya a través de la pantalla de ventana. 45

REIVINDICACIONES

1. Un proceso de fabricación de una espuma de poliuretano o poliisocianurato, comprendiendo el proceso la etapa de mezclar a una baja presión de 0,7 a 2,1 MPa:

- (A) un isocianato;
- (B) un compuesto reactivo con el isocianato;
- (C) un agente de soplado de líquido; y
- (D) dióxido de carbono gaseoso,

en el que los componentes se mezclan sin un mezclador estático.

2. El proceso de la reivindicación 1, en el que el compuesto reactivo con el isocianato es un poliol.

3. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el agente de soplado de líquido es un agente de soplado de hidrocarburo.

4. Proceso de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el dióxido de carbono gaseoso se mezcla primero con cada uno de los componentes (A) y (B) antes de que los componentes (A) y (B) se mezclen entre sí.

5. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que todos los componentes se mezclan simultáneamente entre sí.

6. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones anteriores en el que los componentes se mezclan dentro de un mezclador de impacto de baja presión.

7. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones anteriores en el que la proporción en peso de dióxido de carbono gaseoso con respecto a agente de soplado de líquido es de 60:40 a 40:60.

8. El proceso de la reivindicación 7, en el que el agente de soplado de líquido es un agente de soplado de hidrocarburo.