

UNIVERSIDAD NACIONAL DE INGENIERÍA

FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA Y TEXTIL



**“ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES FÍSICO MECÁNICAS EN
ESPUMAS FLEXIBLES DE POLIURETANO DEBIDO AL
CARBONATO DE CALCIO”**

NORMA ASTM D3574

INFORME DE SUFICIENCIA

PARA OPTAR EL TÍTULO PROFESIONAL DE:

INGENIERO QUÍMICO

POR MODALIDAD DE: ACTUALIZACIÓN DE CONOCIMIENTOS

PRESENTADO POR:

CYNTHIA MILUSKA FALCÓN FLORES

LIMA, PERÚ

2013

Dedico este trabajo en primer lugar a Dios, por haberme dado la vida y permitirme haber llegado hasta este momento tan importante de mi formación profesional. A mi padre Mario, a pesar de nuestra distancia física, siento que estás conmigo siempre y aunque nos faltaron muchas cosas por vivir juntos, sé que este momento hubiera sido tan especial para ti como lo es para mí. A mi madre Mery, por ser el pilar más importante que tengo, por demostrarme siempre su amor y apoyo incondicional cada día de mi existencia. A mis queridos hermanos: Marco, Michel y Frank, por su valioso apoyo en las diferentes etapas de mi desarrollo profesional.

RESUMEN

En el presente informe se muestra la importancia de la evaluación de las propiedades físico mecánicas de las espumas flexibles de poliuretano cuando se le añade una carga inorgánica a la formulación química de las muestras: 20%, 30% y 40% de concentración de carbonato de calcio (CaCO_3).

La metodología utilizada para el diseño experimental del presente informe se basó en un proceso discontinuo, en la cual se procedió a la polimerización de las reacciones principales de los uretanos incluyendo las reacciones de expansión y gelificación obteniéndose una muestra inicial libre de carbonato de calcio y a las tres muestras adicionales, se les reemplazo parte de masa de polioliol convencional por carbonato de calcio en concentraciones de 20%, 30% y 40%, respectivamente. Finalmente se realizó un estudio de la variación en las concentraciones de las cargas inorgánicas (CaCO_3) y la evaluación del comportamiento de cada uno en las espumas flexibles de poliuretano mediante los análisis de las propiedades de densidad, dureza, resistencia al desgarro, prueba de tensión, elongación, flujo de aire y resiliencia, dichos análisis de propiedades físico mecánicas fueron evaluados por métodos estandarizados basados en la Norma ASTM D 3574 – 2011: “Flexible Cellular Materials – Slab, Bonded and Molded Urethane Foams”.

La inserción de partículas de carbonato de calcio en las celdas de las espumas varían considerablemente las propiedades físico mecánicas de las espumas, la utilización como relleno de la superficie sólida para la nucleación heterogénea de la célula, influye en la estructura y promueve las características de dureza de la espuma flexible de poliuretano, justamente las espumas con estas cualidades son de interés para muchos sectores de la economía.

ÍNDICE

	Pág.
I. INTRODUCCIÓN	7
II. MARCO TEÓRICO	11
2.1 POLIURETANOS	11
2.2 ESPUMAS FLEXIBLE DE POLIURETANO	15
2.2.1 Reacciones químicas	16
2.2.2 Materias primas	19
2.2.3 Proceso de fabricación	29
2.2.4 Proceso de formación	32
2.2.5 Propiedades físico mecánicas	34
2.3 NORMA INTERNACIONAL ASTM D 3574 – 2011	36
2.3.1 Alcance	36
2.3.2 Condiciones generales de ensayo	37
2.3.3 Muestreo	37
2.3.4 Medición de las probetas	37
2.3.5 Método A: Prueba de densidad	37
2.3.6 Método E: Pruebas tensiles	39
2.3.7 Método F: Prueba de Resistencia al desgarre	41
2.3.8 Método G: Prueba de flujo de aire	44
2.3.9 Método H: Prueba de resiliencia	45
2.3.10 Método I3: Prueba de fatiga dinámica	47

III.	ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES FÍSICO MECÁNICAS EN ESPUMAS FLEXIBLES DE POLIURETANO DEBIDO AL CARBONATO DE CALCIO NORMA ASTM D 3574	51
	3.1 SISTEMA PRODUCTIVO ACTUAL	51
	3.1.1 Proceso de producción	51
	3.1.2 Especificaciones técnicas de la materia prima	52
	3.1.3 Caracterización de la máquina y equipos utilizados	52
	3.1.4 Formulación del producto actual	55
	3.1.5 Procedimiento experimental actual	57
	3.1.6 Diseño experimental actual	58
	3.1.7 Evaluación de las propiedades físico mecánicas	58
	3.1.8 Costos de materia prima	59
	3.2 PROPUESTA DE MEJORA EN EL SISTEMA PRODUCTIVO ACTUAL	60
	3.2.1 Propiedades físicas del carbonato de calcio	60
	3.2.2 Formulación del producto con carbonato de calcio	60
	3.2.3 Procedimiento experimental propuesto	63
	3.2.4 Diseño experimental propuesto	64
	3.2.5 Evaluación de las propiedades físico mecánicas	65
	3.3 ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS	65
	3.4 VERIFICACIÓN ECONÓMICA DE LA PROPUESTA	71

IV.	CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	74
	4.1 CONCLUSIONES	74
	4.2 RECOMENDACIONES	75
V.	BIBLIOGRAFÍA	76
VI.	ANEXOS	78
	6.1 ANEXO A: Norma Internacional ASTM D 3574 – 2011	
	6.2 ANEXO B: Ficha Técnica del Polirol Convencional	
	6.3 ANEXO C: Ficha Técnica del Diisocianato de Tolueno	
	6.4 ANEXO D: Ficha Técnica de la Silicona	
	6.5 ANEXO E: Ficha Técnica de la Amina Terciaria	
	6.6 ANEXO F: Ficha Técnica del Octoato De Estaño	
	6.7 ANEXO G: Ficha Técnica de la Glicerina	
	6.8 ANEXO H: Ficha Técnica del Carbonato de Calcio	
	6.9 ANEXO I: Resultados de las Pruebas de Laboratorio	

I. INTRODUCCIÓN

Las espumas flexibles de poliuretano son una de las clases más importantes de plástico celular utilizado en la fabricación de materiales de diferentes usos industriales y domésticos, en la actualidad se emplean como principal producto de colchones de espuma, cojines, muebles, zapatos, tapicería, materiales de amortiguación para automóviles, etc.

El consumo mundial de espuma flexible de poliuretano se estima en más de 7 millones de toneladas métricas en el 2007 [18] (Usman et al., 2012) y la tasa media de crecimiento anual es de aproximadamente 4 a 5% siendo los centros de mayor consumo: América del Norte, Europa y el continente Asiático [13] (Latinwo et al., 2010).

Las industrias que producen espumas flexibles de poliuretano utilizan materiales de relleno para lograr varias propiedades mejoradas en la espuma utilizando materiales inorgánicos como el carbonato de calcio, dolomita, sílice de aluminio, dióxido de titanio y talco, así como los rellenos orgánicos del carbón de humo y fibras naturales. El material de relleno es un agente nuclear que influye en la estructura celular de la espuma flexible de poliuretano, la cual promueve el aumento de la densidad y las propiedades físicas de dureza; sin embargo, la introducción del relleno a las celdas de la espuma reducen otras propiedades como la resistencia a la tensión, resistencia al desgarramiento y la deformación permanente. Por consiguiente, es necesario determinar la concentración correcta del relleno en la matriz del polímero con el fin de obtener un producto de calidad confiable.

El uso de las espumas flexibles de poliuretano en África ha sido principalmente para los colchones de espuma y muebles, recientemente hubo una creciente demanda de la propiedad de dureza en la espuma, es decir, de alta resistencia a la compresión, a bajo

costo [18] (Usman et al., 2012). Las espumas con estas cualidades de dureza son de interés para muchos sectores de la economía y por lo tanto su formulación, características y aplicaciones son también temas de interés. El costo del polioliol basado en la petroquímica, el cual constituye el mayor porcentaje de los materiales utilizados en la producción de espumas y que poseen las características de inducir propiedades físico mecánicas superiores en la misma, actualmente goza de un alto valor económico debido a los crecientes costos petroquímicos. Varios estudios se han realizado sobre la idoneidad de carbonato de calcio como material de relleno en espumas flexibles de poliuretano. Los más importantes son los trabajos de Sabrina y Latinwo. El primer trabajo fue “Physico-Chemical Analysis of flexible polyurethane foams containing Comercial Calcium Carbonate”, en la cual se investigó y evaluó las propiedades físico-químicas de las espumas flexibles de poliuretano que contiene CaCO_3 comercial y observó que el exceso utilizado en la industria hace que aumente la histéresis originando posiblemente deformaciones permanentes y daño en la calidad de la espuma como producto final. La histéresis aumenta de acuerdo a la cantidad de carbonato presente en la matriz polimérica por lo que la pérdida de energía durante la compresión se ve reflejada en la misma (Sabrina et al., 2008). El segundo trabajo fue “Effects of Calcium Carbonate of Different compositions and particle size distributions on the mechanical properties of flexible polyurethane foam”, este estudio describe los efectos del carbonato de calcio (CaCO_3) de diferentes distribuciones de tamaño de partículas en las propiedades mecánicas de las espumas flexibles de poliuretano además de la utilización del carbonato como relleno de la superficie sólida para la nucleación heterogénea de la célula, el relleno actúa como agente de nucleación, influye en la estructura y promueve las características de dureza de la espuma flexible de poliuretano. Se investigó la determinación de la composición y la distribución del tamaño de partícula adecuado para mejorar el proceso [13] (Latinwo et al., 2010).

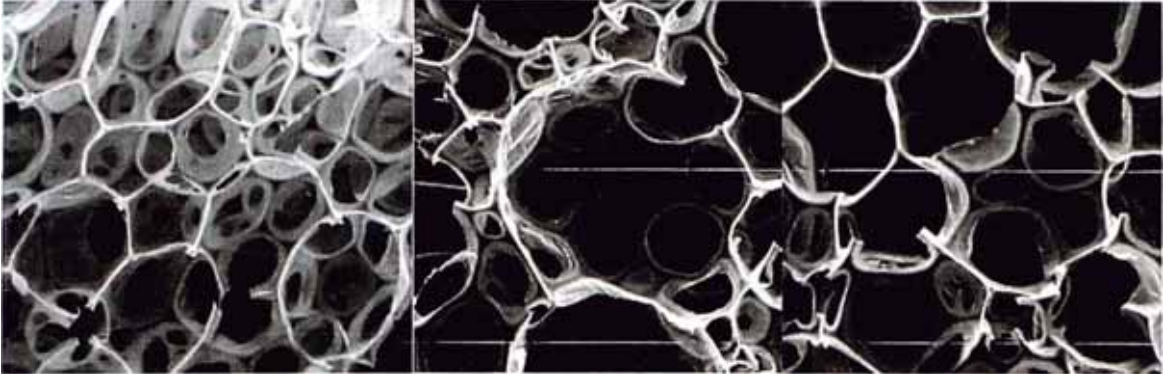


Fig. N° 01: Estructura molecular de la espuma flexible de poliuretano mediante la distribución del tamaño de Partícula del CaCO_3 (Fuente: Sabrina et al., 2008).

Es evidente que a partir de trabajos anteriores las propiedades de las espumas se optimizan con la composición específica de relleno y distribución del tamaño de partícula del carbonato de calcio. Sin embargo, la cuestión de los costos no se le dio primera consideración en estos trabajos. Por lo tanto, este informe presenta los resultados del efecto de varias composiciones de CaCO_3 como reemplazo de polioliol en el rango de 0% - 40% en peso sobre las propiedades físico mecánicas de las espumas flexibles de poliuretano con el fin de determinar las propiedades óptimas y las implicaciones de costos.

OBJETIVO

·Obtener diferentes tipos de espumas flexibles de poliuretano utilizando diferentes concentraciones de carbonato de calcio (CaCO_3) para analizar el comportamiento de las propiedades físico mecánicas usando métodos estandarizados de la Norma ASTM D 3574 “Flexible Cellular Materials – Slab, Bonded and Molded Urethane Foams” [8], evaluar los costos de materia prima de las diferentes concentraciones de carbonato de calcio (CaCO_3) y finalmente escoger la concentración adecuada que será recomendada con el fin de no afectar sus propiedades físico mecánicas.

A.L.C.A.N.C.E

El presente estudio es aplicado a las espumas flexibles de poliuretano con diferentes porcentajes de concentración entre 0% a 40 % de carbonato de calcio (CaCO_3), a las cuales se evaluarán sus propiedades físico mecánicas utilizando la Norma ASTM D 3574-2011 “Flexible Cellular Materials – Slab, Bonded and Molded Urethane Foams” [8], mediante los siguientes métodos de ensayo estandarizados: Test A: Density Test, Test I3: Dynamic Fatigue Test by Constant Force Pounding, Test E: Tensile Test. Test F: Tear Resistance Test, Test G: Air Flow Test y Test H: Resilience (Ball Rebound) Test.

J.U.S.T.I.F.I.C.A.C.I.Ó.N

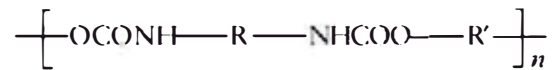
El costo de producción de la espuma flexible de poliuretano depende significativamente del costo del polioliol, el cual constituye el mayor porcentaje de los insumos utilizados en la producción de espumas con las características para inducir propiedades físico mecánicas superiores.

Las cargas adecuadas, las cuales son relativamente baratas, se pueden introducir en la matriz de la espuma en sustitución del polioliol y de esta manera disminuir los costos de producción; sin embargo, ciertas composiciones de relleno tienen un efecto perjudicial sobre algunas propiedades de la espuma, es por ello que este trabajo investiga el efecto del relleno CaCO_3 en la matriz de espuma flexible de poliuretano para el doble propósito de lograr propiedades favorables así como la reducción de los costos de producción.

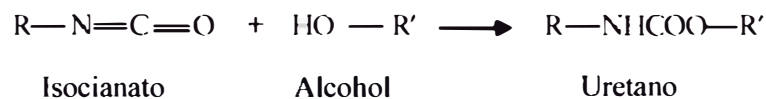
II. MARCO TEÓRICO

2.1 POLIURETANOS

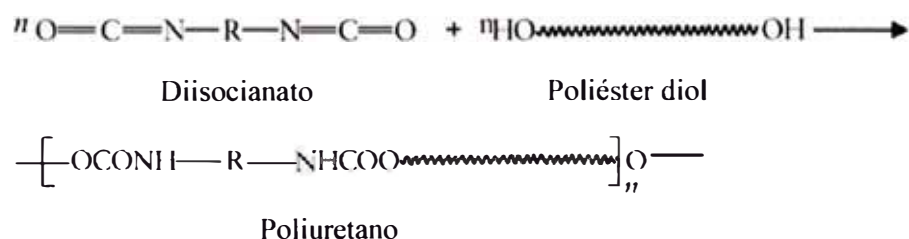
Los poliuretanos son un grupo especial de polímeros de heterocadena, caracterizado por la siguiente unidad estructural:



Los polímeros conocidos como poliuretanos incluyen materiales que incorporan el grupo carbamato (NHCOO) así como otros grupos funcionales, tales como: éster, éter, amida y úrea. El nombre de poliuretano se deriva de carbamato de etilo, conocido como uretano. Los poliuretanos se producen generalmente por la reacción de un isocianato polifuncional con un macroglicol, también denominado polioliol (alcohol), u otros reactivos que contiene dos o más grupos reactivos con isocianatos [10].



En 1849, Wurtz sintetizó por esta vía el primer uretano. A raíz de una investigación muy sistemática e intensiva, en 1937 el Dr. Otto Bayer sintetizó la primera de poliuretano en Alemania, por la reacción de un diisocianato con un diol de poliéster que tiene dos grupos hidroxilo terminales.



Bayer inventó un nuevo método para la síntesis de compuestos macromoleculares: la reacción de poliadición, que es un caso especial de la reacción de policondensación, con la diferencia que el producto de reacción es exclusivamente el polímero. En las reacciones de policondensación clásica, los productos son: el polímero de policondensación y un compuesto de bajo peso molecular (agua, alcoholes, etc). En las reacciones de poliadición el producto es sólo el polímero de gran importancia tecnológica, especialmente para la pureza y la morfología del compuesto macromolecular resultante [5]. La enorme versatilidad del procedimiento de poliadición permitió la fabricación de una gran variedad de productos para una amplia variedad de aplicaciones [10].

En los más de 65 años de existencia de poliuretanos, el crecimiento fue constante y la predicción para el futuro es muy optimista debido a los nuevos mercados abiertos en Europa del Este, Asia y América del Sur (ver Gráfico N°01).

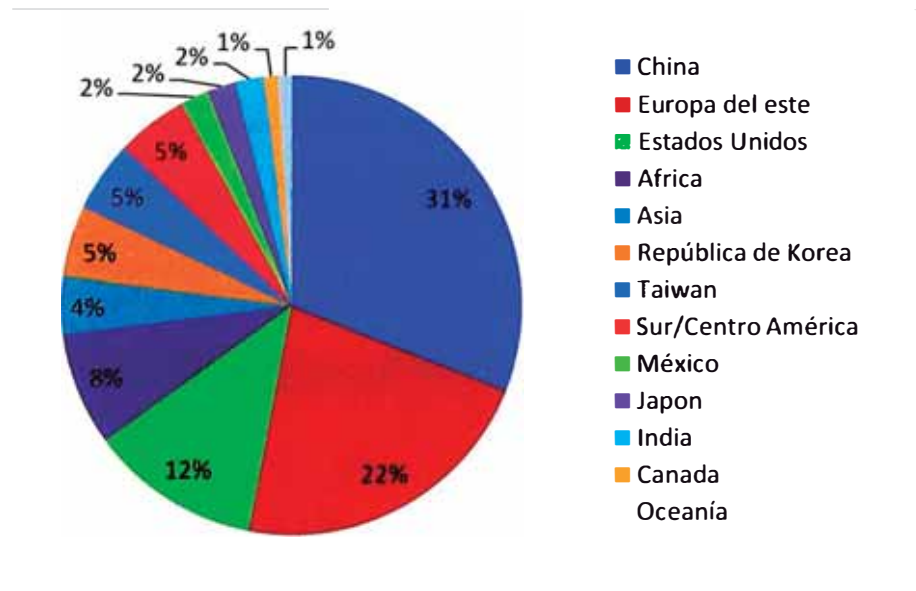


Gráfico N°01: Consumo mundial de poliuretano – 2009 (Fuente: Chemical Industries Newsletter – SRI Consulting, Enero 2010)

Los poliuretanos representan sólo el 5% del consumo de polímero en todo el mundo (ver Gráfico N° 02) pero la dinámica de su crecimiento es elevado y constante, en torno a un 4-6%.

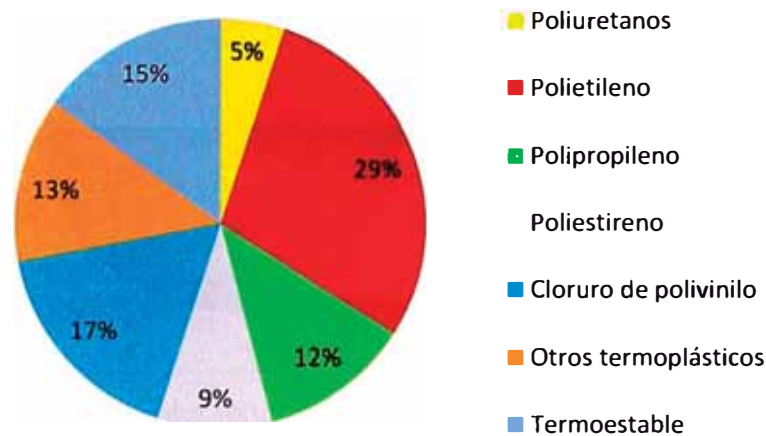


Gráfico N° 02: Producción mundial de plástico (Fuente: Iunesco, 2005)

El principal campo de aplicación de los poliuretanos es la industria del mueble, alrededor de 30% de los poliuretanos totales producidos en todo el mundo se utiliza para la producción de colchones de espumas flexibles. La fabricación de automóviles es la segunda aplicación importante para poliuretanos flexibles y semiflexibles (amortiguación del asiento, parachoques, aislamiento acústico, etc.). Las espumas rígidas de poliuretano se utilizan en el aislamiento térmico de edificios y refrigeradoras, cámaras frigoríficas, aislamiento de tuberías, transporte refrigerado, aislamiento térmico en las industrias química y alimentaria. Los elastómeros de poliuretano se utilizan para las suelas del calzado, neumáticos industriales, revestimiento de tuberías, calzado deportivo, etc. Los adhesivos de poliuretano, selladores, revestimientos y fibras representan otro grupo de poliuretanos con aplicaciones específicas. Las principales aplicaciones de los poliuretanos están presentados en el Gráfico N° 03, la cual muestra que la mayoría de los poliuretanos utilizados en todo el mundo son las espumas (flexible,

semiflexible y rígidas) alrededor del 72% del total de los poliuretanos, ver Gráfico N°04.

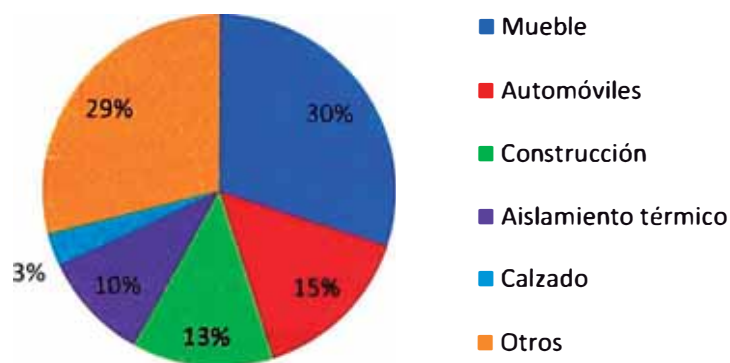


Gráfico N°03: Principales aplicaciones del poliuretano (Fuente: Iunesco, 2005)

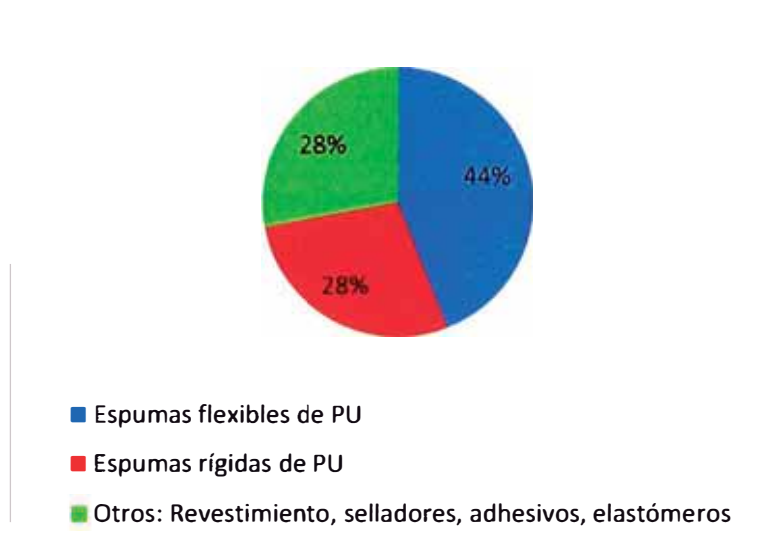
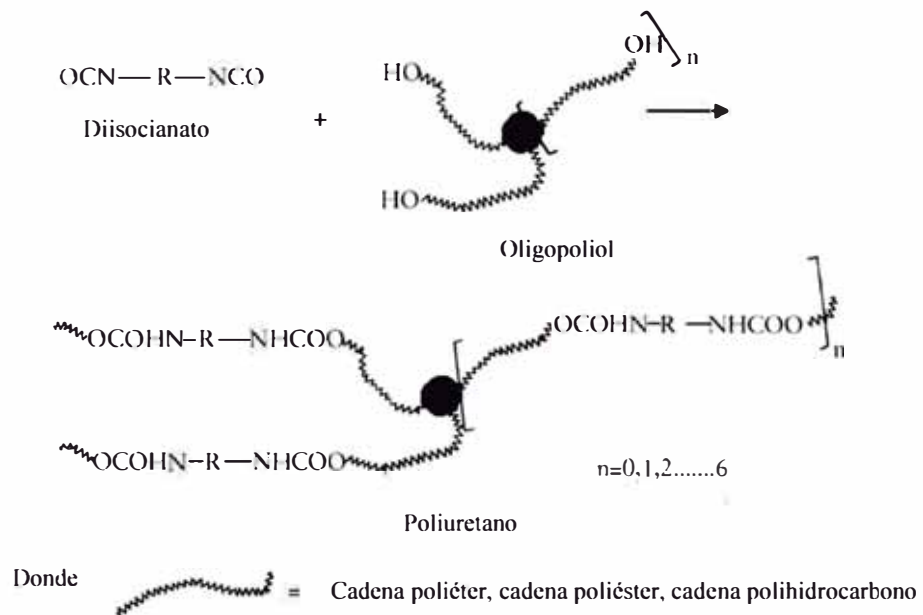


Gráfico N°04: Consumo mundial de poliuretano, por producto 2000-2002
(Fuente: Iunesco, 2005)

Considerando las razones prácticas y aplicativas, los poliuretanos se pueden dividir en dos principales categorías: Poliuretanos elásticos, por ejemplo, espumas flexibles, elastómeros, recubrimientos, adhesivos, fibras, etc. y los poliuretanos rígidos, por ejemplo, espumas rígidas de poliuretano, espumas estructurales.

madera sustitutos, poliuretanos sólidos, etc. Esta común clasificación de poliuretanos elásticos y rígidos se basa principalmente en la estructura oligopoliol. Por lo tanto, la reacción general para la síntesis de poliuretano es:



(Fuente: Iunesco, 2005)

2.2 ESPUMA FLEXIBLE DE POLIURETANO

Esta familia de espumas se diferencia de otros plásticos celulares en que se produce reacciones químicas que causan la formación de espuma simultáneamente con las reacciones que forman los polímeros. Al igual que en el caso de resinas de poliuretano el constituyente polimérico de espumas de uretano se hace por reacción de un polioliol con un isocianato, que puede ser del tipo polioliol poliéster o poliéter. La dureza de la espuma curada se rige por el peso molecular del polioliol usado. Polioliol de bajo peso molecular (aproximadamente 700) producen espumas rígidas y polioliol de alto peso molecular (3000-4000) producen espumas flexibles. Polioliol con pesos moleculares alrededor de 6000 se utilizan para el llamado “curado en frío”, espumas altamente elásticas [9].

2.2.1 Reacciones químicas

Hay dos reacciones principales importantes en la producción de EFP: reacción de expansión y gelificación. El equilibrio de las velocidades de estas dos reacciones proporciona la morfología de las celdas abiertas en la espuma que es altamente importante para las propiedades físico mecánicas. Si la reacción de gelificación se produce demasiado rápido, puede resultar una espuma con celdas cerradas. Si la reacción de expansión o soplado (productor de gas) reacciona rápidamente, las celdas pueden abrir el polímero antes de tener la fuerza suficiente para mantener la estructura celular, lo que resulta el colapso de la espuma [6].

a) Reacción de Expansión

En la formación de espuma de poliuretano se puede producir dióxido de carbono como espumante mediante la reacción entre un isocianato y agua, produciendo primero un producto intermedio de la reacción, el ácido carbámico, térmicamente inestable, este ácido se descompone espontáneamente, produciendo CO_2 y una amina primaria que reacciona con otra molécula de isocianato para formar la úrea di-sustituida. El calor total emitido en las reacciones de la Figura N°02 es de aproximadamente 47 kcal / mol, éste juega un papel importante en la expansión del gas en el líquido para formar la morfología celular deseada. La reacción siguiente de la úrea di-sustituida con el TDI produce un biureto. La formación de enlaces de biuret, tal como se muestra en la Figura N°03, se puede producir si uno de los hidrógenos del producto de úrea disustituida reacciona con una funcionalidad de isocianato [4][6].

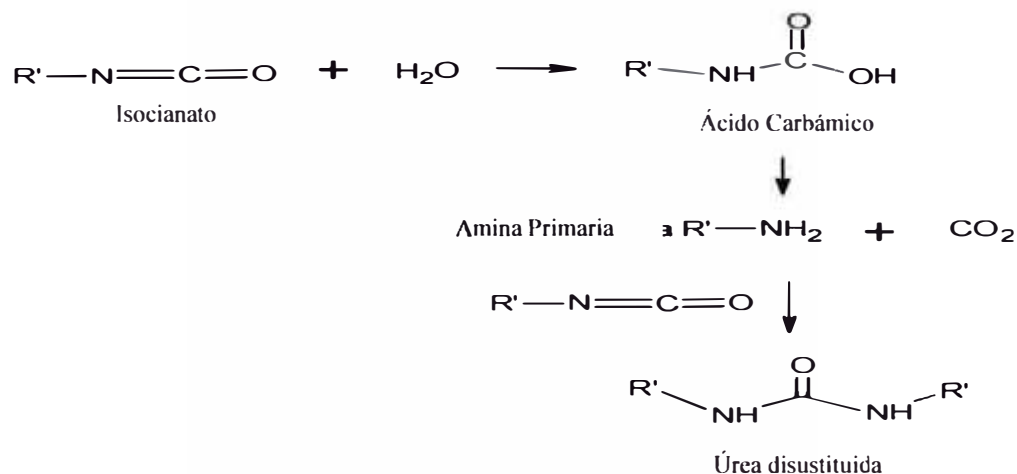


Fig. N° 02: Reacción de expansión (Fuente: Kaushiva, 1999)

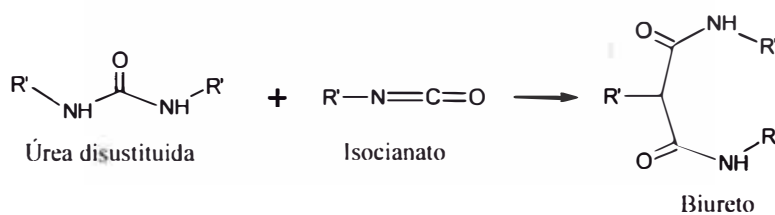


Fig. N° 03: Formación del Biureto (Fuente: Kaushiva, 1999)

Conviene destacar que la dureza de la espuma de poliuretano depende de la cantidad relativa de úrea y alofanato presente. Las reacciones de los isocianatos con polioles y agua son exotérmicas, se aceleran considerablemente en presencia de catalizadores de amina y de estaño. Las propiedades y características del procesamiento de los poliuretanos se pueden controlar utilizando el isocianato y el polirol apropiado para cada aplicación específica, resultando polímeros que pueden formularse a conveniencia del uso.

b) Reacción de Gelificación

Las espumas están constituidas de enlaces cruzados, los cuales dan una excelente resistencia. Para obtener los poliuretanos con enlaces cruzados

se requieren reactivos trifuncional, es decir que contenga 3 hidrógenos activos en base a la siguiente reacción, Fig. N° 04:

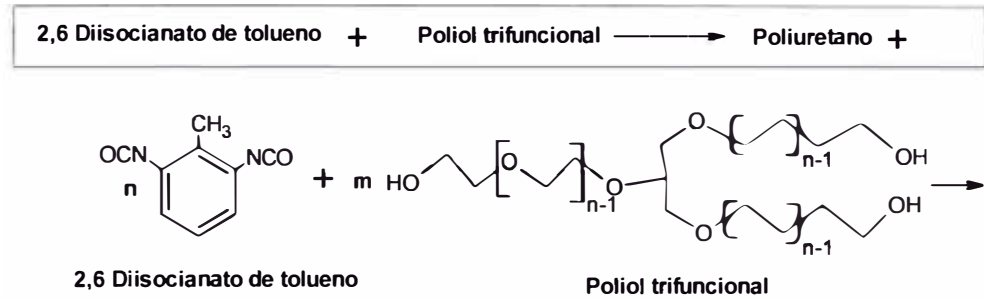


Fig. N° 04: Reacción de gelificación: TDI + polioli (Fuente propia)

El producto final es un uretano (ver Figura N° 05) que tiende a gelificarse. Esta reacción de adición es exotérmica con un calor de reacción de aproximadamente 24 kcal / mol de uretano. Los uretanos son compuestos que contienen grupos [1]:

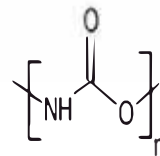


Fig. N° 05: Uretano (Fuente propia)

Si la reacción se extiende a reactivos di o poli funcionales, se obtiene un polímero complejo conocido generalmente como un poliuretano. Se sabe que cuando otro grupo isocianato reacciona con el enlace de uretano a través del hidrógeno en el átomo de nitrógeno produce un alofanato, como se muestra en la Figura N°06 [6].

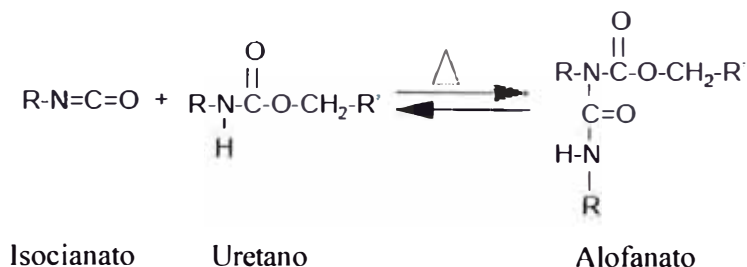


Fig. N°06: Formación de alofanato (Fuente: Kaushiva, 1999)

2.2.2 Materias primas

Cada aplicación de EFP tiene criterios de rendimiento específicos, por lo que hay muchos componentes necesarios en una formulación típica para garantizar que el producto cumpla con los requisitos que se desea. Cada tipo de componente se discutirá en los apartados siguientes:

a) Polioles

Un compuesto orgánico que tiene más de un hidroxilo (-OH) por molécula. En la industria del plástico celular, el término incluye compuestos monoméricos y poliméricos que contiene grupos hidroxilos alcohólicos tales como poliéteres, glicoles, glicerol, y poliésteres, que se utilizan como reactivos en espuma de poliuretano [9]. Generalmente los polioles se elaboran con una mezcla de óxidos de etileno (EO) y óxidos de propileno (PO). De acuerdo a la cantidad agregada a cada uno de los óxidos, las propiedades de la espuma variarán de forma significativa. Una mayor cantidad de EO en las terminales del polioliol generará un polioliol más reactivo, así como una espuma con mayor flexibilidad [5] [10].

La elección de un polioliol, se basa especialmente en el tamaño, flexibilidad de la estructura y la funcionalidad (número de hidroxilos, N° de OH reactivos con isocianatos por molécula de polioliol) las cuales controlan ampliamente el grado de entrecruzamiento que se logrará en la reacción

con el poliisocianato.

El Gráfico N° 05 muestra el consumo mundial de polioles de poliéter y polioles de poliéster para poliuretanos en el periodo de tiempo 2000-2004, categorías principales de polioles en la industria de poliuretanos.

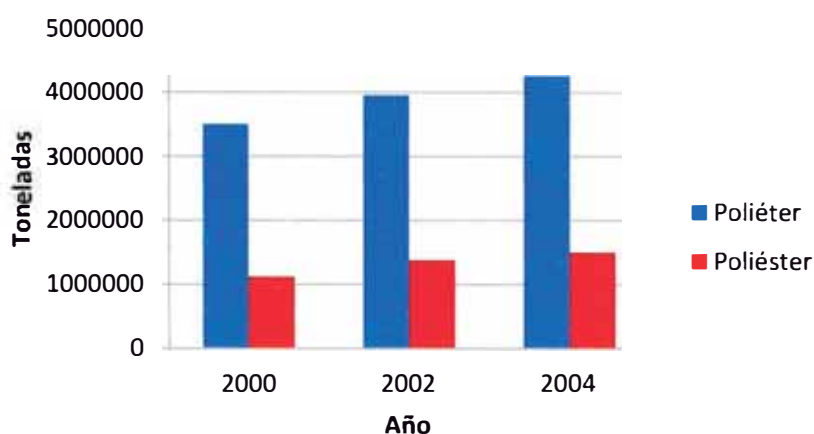
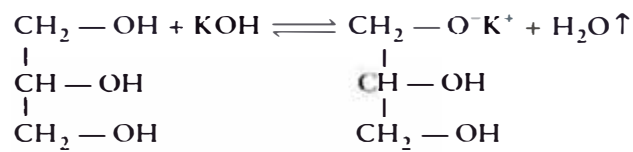


Gráfico N° 05: Consumo mundial de polioles poliéter y poliéster
(Fuente: unesco, 2005)

- Polioles Poliéter: La mayoría de los polioles utilizados en la elaboración de EFP son polioles poliéter, los cuales están basados en iniciadores trifuncionales, comúnmente la glicerina y el trimetilolpropano, con un PM del polioliol en un rango de 3000 a 4000. Químicamente, un polioliol de tipo poliéter no es más que un alcohol polifuncional que contiene una cadena con enlaces repetitivos de tipo éter (C-O-C) [1]. La definición más conocida sobre un polioliol poliéter se describe como el producto de la reacción polimérica de un óxido orgánico y un compuesto que contenga 2 o más átomos de hidrógeno activo. Los compuestos que contienen átomos de hidrógeno activo se emplean como iniciadores en la síntesis de los polioles [9].

Ejemplo: Síntesis de triol poliéter basado en homopolímero glicerol de PO [5].

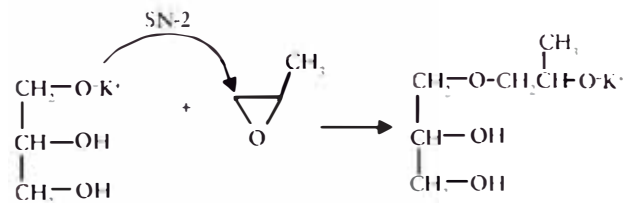
Los trioles poliéter se obtienen por la polimerización aniónica de PO iniciado por glicerol y catalizada por KOH los cuales dan la formación de un alcoholato de potasio y agua.



Glicerol + Hidróxido de potasio \leftrightarrow Glicerol potásico + Agua

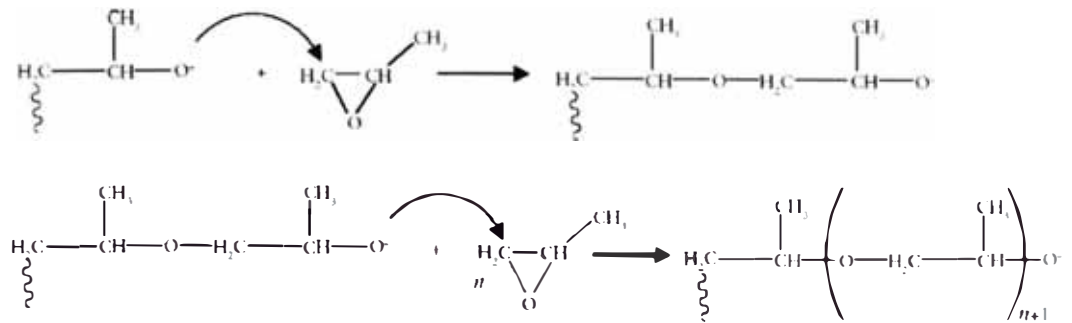
(Fuente: Iunesco, 2005)

Una reacción de polimerización PO iniciado por grupos hidroxilo de glicerol conlleva a un segundo orden sustitución nucleófila (Tipo SN-2) por el ataque de la fuerza nucleofílica del grupo alcoholato en los átomos de carbono del anillo oxiránico.



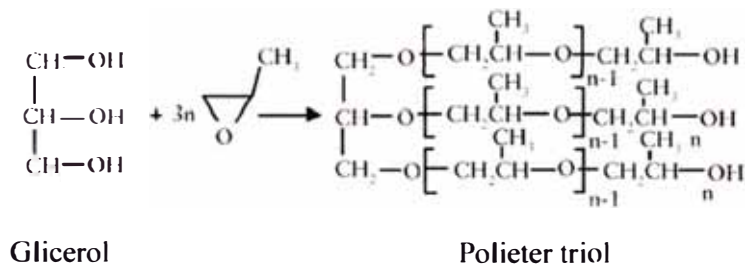
(Fuente: Iunesco, 2005)

Al abrir el ciclo del anillo oxiránico también se forma un grupo alcoholato, estos grupos nuevamente atacan el anillo oxiránico de otras moléculas PO, la cadena se extiende con nuevas unidades de PO y el extremo de la cadena resultante tiene el mismo grupo alcoholato de potasio catalíticamente activa. El PM incrementa paso a paso durante la reacción de polimerización como una función de la relación de la cantidad de PO que reaccionó frente a la cantidad de glicerol:



(Fuente: Iunesco, 2005)

Los iniciadores trifuncionales tales como glicerol o trimetilolpropano se utilizan como iniciadores para la polimerización de óxidos de alqueno para formar poliéter trioles de estrella:



Glicerol

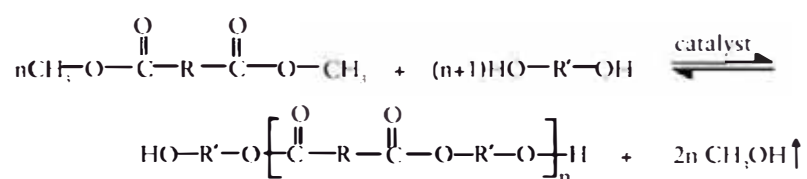
Poliéter triol

(Fuente: Iunesco, 2005)

Poliol Poliéster: Son polímeros de bajo peso molecular (1000-4000), los cuales se caracterizan por la presencia de grupos éster y de terminales grupo hidroxilo. Estos poliols son el segundo grupo más importante de oligo-poliol para la producción de poliuretanos después de poliols poliéter. Las características superiores de los poliuretanos basados en poliol poliéster se explican por una mejor estructura cristalina en el segmento de uretano en comparación con la mayoría de los poliols poliéter que son amorfos, excepto politetrahidrofurano (PTHF), debido a las fuerzas secundarias superiores entre las cadenas de poliéster [9].

Estos poliols poliéter se obtienen mediante las reacciones de policondensación entre ácidos dicarboxílico (o derivados tales como

ésteres o anhídridos) y dioles (o polioles) o por el anillo la apertura de la polimerización de ésteres cíclicos (lactonas, carbonatos cíclicos). La reacción de policondensación entre ácidos dicarboxílicos y glicoles es una reacción de equilibrio, el equilibrio se desplaza hacia la formación de polioles poliéster por continua eliminación de agua del sistema de reacción [5].



(Fuente: Iunesco, 2005)

b) Isocianato

En la producción de poliuretanos poliésteres, los isocianatos más comunes son los derivados de TDI (diisocianato de tolueno). Generalmente, se usa la forma conocida como TDI 80, que presenta una proporción 80:20 entre los isómeros 2,4 y 2,6 (ver Figura N°07).



Fig. N°07: Isómeros 2,4 TDI y 2,6 TDI respectivamente

(Fuente: Chemistry for generation BorsodChem)

La producción de TDI se realiza a partir de los nitrotoluenos, el proceso de nitruración del tolueno produce los isómeros orto, meta y para nitrotoluenos, siendo la forma orto y para las más comunes (aprox. 63% y 33%, respectivamente). Una vez removido el isómero meta por

destilación fraccionada, se puede producir la forma 80:20 del TDI, reaccionando la mezcla con metano y agua, en la presencia de un catalizador adecuado, se forma las respectivas aminas, que enseguida serán convertidas en isocianatos, a partir de la reacción de las aminas con el fosgeno [6][9].

Cabe recalcar que el TDI presente en la formulación depende de las partes de agua y el número de hidroxilos del polirol empleado, de la siguiente manera, ecuación N° 01. Esta ecuación se demuestra a partir de las reacciones en equilibrio de expansión y gelificación cuando se igualan los equivalente gramo de TDI con los equivalente gramo de agua y añadiendo los del polirol.

$$TDI = 9.667xPartes\ de\ agua + 0.155\ N^{\circ}\ OH$$

En la práctica, normalmente se formula con un exceso de TDI. Índices de isocianato de alrededor de 115 son frecuentemente usados para disminuir el efecto negativo de las cargas inorgánicas como las propiedades elásticas de la espuma, tensión de ruptura, alargamiento y resistencia al desgarro [16].

c) Agua

Se añade agua a estas formulaciones para reaccionar con el isocianato, en esta reacción produce en última instancia: poliúrea, dióxido de carbono y calor. Este dióxido de carbono se difunde a las burbujas de gas existentes en el polirol y así se expande la mezcla en una espuma. El control de la cantidad de aire contenido en la materia prima de polirol es una manera de que los fabricantes controlen el número de sitios de nucleación en la mezcla de reacción [6].

d) Agentes de expansión

Éstos son responsables de dar suavidad y textura a la espuma formada. El uso exclusivo de agua lleva a la formación de regiones muy rígidas, constituidas por las poliúreas. Actualmente, muchos agentes de expansión auxiliares son usados, siendo el dióxido de carbono (CO_2) y la acetona dos de los más comunes. El primero presenta la ventaja de estar en el estado gaseoso y de evaporarse fácilmente. El segundo presenta la ventaja de poseer una presión de vapor alta, lo que permite una rápida transición líquido/vapor y la desventaja, es aumentar una auto-combustión de la espuma formada. El uso de moldes que permiten una variación dinámica de presión durante el proceso es una óptima alternativa, ambientalmente correcta. Sin embargo, esa dinámica de trabajo presenta dificultades para garantizar la homogeneidad del proceso en escala, limitando su aplicación. El uso de agentes a base de cloros, como por ejemplo el clorofluorcarbono (CFC-11), halogenados fluorocarbonos clorados (HCFC-123 y HCFC-141) va en contra de las metas ambientales por la destrucción de la capa de ozono, es por ello que su uso es insostenible. El cloruro de metileno, no obstante, permite la obtención de espumas con buenas propiedades y a pesar de su toxicidad, puede ser fácilmente manipulada. Además su costo es accesible, eso lo convierte en uno de esos materiales altamente viables [6].

Según la densidad deseada y de acuerdo a las características físicas de la espuma, se empleará agua solamente o agua y cloruro de metileno. Al igual que la densidad las espumas obtenidas sólo con agua son más duras que las obtenidas con agua y cloruro de metileno además suelen tener mejores propiedades de tracción [15].

Existe una relación entre el índice de expansión con las partes de agua y cloruro empleadas en la formulación química de las espumas flexibles, como se muestra en la ecuación N° 02:

$$\text{Indice de expansion} = \text{Partes de agua} + \frac{1}{9} \times \text{partes de cloruro}$$

e) Surfactante

Los surfactantes no iónicos son importantes en la industria de la espuma debido a la producción de una buena morfología de células. Dentro de las funciones que realizan están: reducción de tensión superficial, emulsión de ingredientes incompatibles, promover la nucleación de burbujas y la estabilización de la espuma que crece. De éstas, la más crucial para la producción de espuma es la estabilización de las paredes de las células, sin ningún tipo de surfactante, la espuma colapsará completamente y se comportará como un líquido espeso de ebullición, por lo tanto, en cada formulación de la espuma, existe una concentración mínima de agente surfactante necesaria para producir una espuma aceptable, por debajo de este nivel se puede producir una amplia gama de defectos estructurales, tales como: colapso, densificación o separación, y por encima de ese nivel, existe una ventana de procesamiento dentro de la cual la concentración de surfactante puede ser utilizado para sintonizar el preciso momento de la apertura de las células; sin embargo, la sobreestabilización de las ventanas de las celdas puede evitar que la rotura se produzca, lo que reduciría el flujo de aire [4].

Como regla para la dosificación se puede dar, para una formulación de 3.5 partes de agua por 100 de polioliol, 0.8 partes de silicona. Por cada 0.5 partes que se aumenta la concentración de agua se aumentara 0.18 partes de silicona y por cada 5 partes de cloruro de metileno se incrementara la silicona 0.20 partes [15].

La apertura de la célula es muy importante para las propiedades mecánicas de la espuma. La Figura N°08, donde se muestra el flujo de aire a través de una muestra de espuma gruesa de espesor 1" frente a la concentración del surfactante [6].

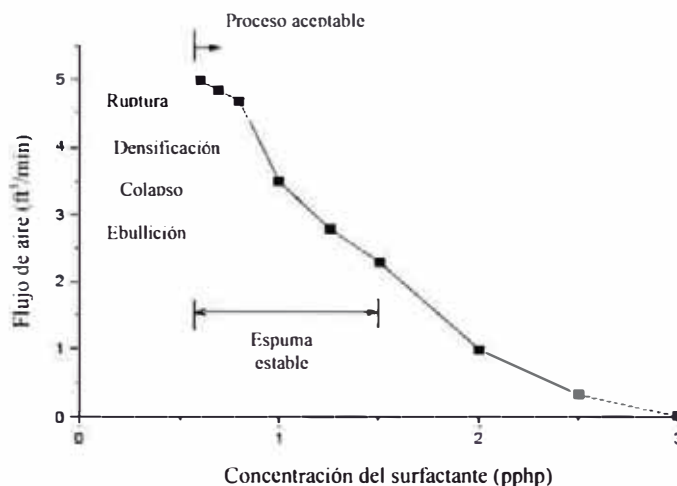


Fig. N°08: Efecto de la concentración de una silicona típica
(Fuente: Kaushiva, 1999)

f) Catalizadores

Diversos son los catalizadores usados en la producción de EFP, siendo los organometálicos y las aminas terciarias los más comunes.

Dentro los organometálicos, los cuales promueven la reacción de gelificación, el más conocido es el octoato de estaño, que puede ser diluido directamente en el polirol. La gran desventaja de ese proceso es su inestabilidad, porque el polirol activado con ese catalizador se hace más susceptible a la hidrólisis, perdiendo su función [4].

Las aminas terciarias más usadas son la bis-(2-dimetilaminoetil) éter (BDMAEE), la diaminobiciclooctano (DABCO), la trietilenodiamina (TEDA) y la N,Ndimetiletanolamina (DMEA). Cada una de estas aminas tienen un mejor desempeño en una parte de la reacción, eso lo hace necesario para que estas sean mezcladas, con el objetivo de alcanzar un proceso "ideal". El par de electrones adicional en el átomo de nitrógeno, proporciona un nucleófilo fuerte que es capaz de atacar el carbono del grupo isocianato. El impedimento estérico y los efectos electrónicos de

los grupos sustituyentes son las dos herramientas principales que se utilizan para ajustar la actividad catalítica relativa en las diversas aminas terciarias. En el caso de la espuma flexible planteada en ese trabajo, se utilizó una mezcla de BDMAEE y TEDA, siendo el primero que disminuye el tiempo de crema facilitando la expansión y el segundo facilita la formación de gel [6].

La concentración empleada de aminas terciarias oscilan entre 0.1 y 0.15 partes de polioliol, según la cantidad de agua y agentes espumantes adicionales empleados. La concentración de octoato de estaño viene a ser de 0.20 a 0.35, según sea la actividad del polioliol empleado, la silicona y la cantidad de cloruro de metileno [15].

g) Glicerina

Es un entrecruzador de cadena que ayuda a la formación del enlace de poliuretano, es necesario en formulaciones que llevan carga, ya que estas desestabilizan el crecimiento de la espuma y la reacción de gelificación.

h) Carga

El concepto de carga es muy amplio, pero se pueden definir las cargas como materiales sólidos que se añaden a las formulaciones de plásticos y adhesivos, con objeto de reducir costes. Una carga debería no interferir con las propiedades del polímero (propiedades mecánicas, comportamiento reológico, color) y debería dispersarse en el polímero con facilidad, de modo que la distribución sea adecuada, lo que difícilmente se consigue en la práctica.

La naturaleza química de las cargas puede ser muy diversa. Se utilizan desde las sustancias inorgánicas minerales más sencillas como carbonato de calcio, sulfatos de metales alcalinotérreos, silicatos, sílices y otros óxidos, negro de humo, microesferas de vidrio o cerámica, entre otras.

Entre las cargas orgánicas se encuentran la celulosa, almidón, cáscara de almendra, etc. [2].

Existen muchas razones por las cuales añadir cargas a una espuma de poliuretano. Las principales son: incrementar la resistencia a la flama, o incrementar la resistencia a la carga de la espuma [16]. Al ser componentes inertes que no participan en la reacción, su colaboración en el incremento de la reacción de la resistencia a la carga es aparente, ya que al ser compuestos no incluidos dentro de la estructura celular, pueden funcionar como abrasivos, rompiendo las celdas, causando que la espuma pierda sus propiedades originales a través del uso [12].

2.2.3 Procesos de fabricación

Las EFP se hacen colectivamente, mediante procesos continuos o discontinuos, como un producto semi-terminado que se corta en tamaños y formas deseadas. Desde los años 50, en América de Norte y Europa, el bloque de espuma flexible ha sido fabricado con el uso de equipos de espuma continua, costosos y sofisticados. Por otra parte, el proceso discontinuo se utiliza con frecuencia en América del Sur, Asia y África, debido a una menor inversión y la capacidad para la fabricación de pequeñas cantidades de una amplia variedad de tipos de espuma [7].

a) Proceso continuo

Hay varios procesos para la fabricación de bloques sólidos de diferentes tipos de espumas flexibles, cada uno con sus ventajas y diferencias en la tasa de conversión. Por ejemplo, muebles de espuma de poliéster de grado se producen de manera más eficiente o en máquinas Maxfoam Vertifoam. Espumas de poliéster de calidad técnica se producen mejor vertiendo en Maxfoam o máquinas convencionales. Las espumas de

poliuretano de poliéster son de calidad estándar con mayor eficacia en las máquinas convencionales [6][7].

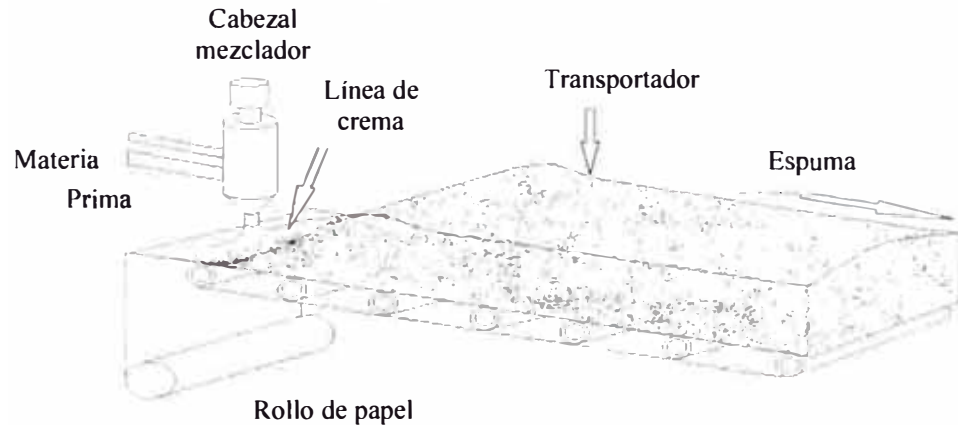


Fig. N° 09: Proceso continuo (Fuente: Kaushiva, 1999)

El proceso continuo convencional, ver Figura N° 09, es el más antiguo. pero todavía se utiliza ampliamente. Es muy versátil y permite la producción de espumas de poliéter y poliéster, con densidades de 14 a 120 kg/m³. Estas máquinas son grandes, caras y se utilizan con una producción de 6 a 8 m/min. El proceso consiste en el bombeo con control de flujo, los reactivos a través de un cabezal de mezcla de movimiento lateral, donde se mezclan y mecánicamente nucleadas a baja o alta presión, se distribuyen en la parte inferior de una cama horizontal que se mueve alrededor. La cama horizontal consiste en un transportador inclinado de largo, con velocidad controlada cubierto con una sábana en los lados horizontales y verticales inferiores de hojas de papel o de plástico. Después de unos segundos la masa reactiva se convierte en crema y en dos minutos la espuma crece, la espuma es transportada por 4 a 6 minutos para que el proceso de curación sea dado [3].

b) Proceso discontinuo

En este proceso, los bloques se fabrican de forma individual, la más

recomendable cuando la escala de producción no es muy grande.

El proceso por lotes convencionales (caja), es el más antiguo y más usado en Brasil, por ser simple, económico y similar al procesamiento habitualmente empleado en el laboratorio [3][7]. (Ver Figura N°10).

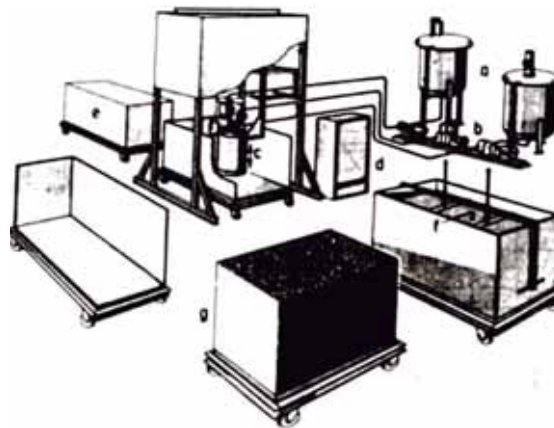


Fig. N° 10: Proceso discontinuo (Fuente: Eaves, 2001)

Tiene las siguientes ventajas:

- Bajo coste de capital
- La producción de pequeñas cantidades de espumas diferentes
- Son pequeñas fábricas que emplean mano de obra, personas poco calificadas
- Permite la fabricación de bloques cilíndricos y rectangulares

Como también presentan sus desventajas:

- Disminución de la producción de procesos continuos
- Las pérdidas de hasta un 20% debido a la piel gruesa
- La estructura celular de menor calidad
- La variación de las propiedades a lo largo del bloque

2.2.4 Procesos de formación

A continuación se detalla las diferentes etapas que tienen lugar durante el proceso de formación de las EFP:

a) Dosificación de los ingredientes de la espuma y mezclado

Los ingredientes necesarios se dosifican generalmente por medio de un instrumento medidor, en cantidades y proporciones adecuadas y se mezclan en la cabeza mezcladora de una máquina o en un recipiente en caso de que la mezcla se haga manualmente. Durante el mezclado, se generan pequeñas burbujas de aire en la mezcla líquida que actúan como agentes iniciadores de la espumación. Si se trata de máquinas de espumas, se inyecta una pequeña cantidad de aire en la cámara de mezclado [5].

b) Cremado

Después de un corto periodo, los gases de expansión (dióxido de carbono o cloruro de metileno) empiezan a expandirse dentro de las pequeñas burbujas de aire agrandándolas y dándole a la mezcla de espuma una apariencia “cremosa” [5].

El tiempo que transcurre desde que se empieza la mezcla hasta que aparece la crema, se conoce con el nombre de tiempo de crema que suele fluctuar entre 6-15 segundos en las espumas flexibles.

c) Crecimiento inicial

A medida que se van generando más gases de expansión, la espuma sigue creciendo y simultáneamente se hace más viscosa con la polimerización en la fase líquida. El número total de burbujas permanece constante mientras la espuma crece. La reducción de la tensión superficial,

producida por el surfactante de silicona, hace que la espuma blanda se estabilice y evita que las burbujas coalescan [5].

d) Crecimiento completo

A medida que los refuerzos de las celdas llenas de gas se consolidan, las paredes delgadas de las mismas no pueden resistir más la presión del gas. Cuando la espuma sube completamente, estas paredes delgadas se revierten y se desprenden los gases (se liberan) a través de la espuma, que está lo suficientemente gelificada y compactada para mantenerse firme. Pasados unos 150 – 250 segundos después de empezada la mezcla, la reacción de expansión cesa, mientras la reacción de gelificación continúa. El tiempo transcurrido desde el inicio hasta que la espuma sube completamente se denomina tiempo de crecimiento [5].

e) Gelificación

La reacción de gelificación o polimerización continúa hasta el punto conocido con el nombre de tiempo de gelificación, cuando la mezcla ha gelificado, por lo general 20-120 segundos después del tiempo de crecimiento. Para comprobar si un bloque de espuma se ha gelificado o no, se inserta varias veces una espátula de madera unos 2-4 centímetros dentro de la masa que se está gelificado hasta que se note que ofrece alguna resistencia. Cuando la capa exterior de la espuma no es pegajosa al tacto, se ha llegado al tiempo libre de adhesividad o tiempo de tacto libre o tiempo libre de pegajosidad [5].

Aunque generalmente el tiempo de gelificación ocurre después del tiempo de crecimiento, en la fabricación de espuma flexible, es posible lograr lo contrario en el caso de las espumas rígidas.

f) Curado

Los bloques de espumas se llevan luego al área de curado donde deben permanecer por lo menos 24 horas para asegurar una reacción de gelificación o polimerización total.

2.2.5 Propiedades físico mecánicas

Las propiedades más importantes de una EFP son: densidad y dureza.

Otras propiedades físico mecánicas, tales como porosidad (flujo de aire), resistencia a la tracción, elongación, resistencia al desgarre y deformación permanente son también importantes [5].

Cabe recalcar que en este trabajo se realizará la determinación de las propiedades físico mecánicas de la EFP siguiendo las especificaciones de la ASTM D 3574-2011 [8].

a) Densidad

Es el peso por unidad de volumen de la espuma, normalmente expresado en kilogramo por metro cúbico (Kg/m^3). Una espuma de calidad no es aquella que presente los valores más altos de densidad, sino que cumpla además con los requerimientos de firmeza, resistencia al desgarre, resiliencia, recuperación y demás propiedades que se haya especificado.

b) Dureza

Es una medida de la firmeza, y se entiende como la oposición que ofrece la espuma a una fuerza de compresión.

c) Fatiga

Es una medida de la pérdida de soporte de la espuma bajo condiciones

simuladas de uso continuo y es generalmente expresada como un porcentaje de pérdida en la resistencia a la carga.

d) Resistencia a la tensión

Es la medida de la cantidad de esfuerzo requerido para romper una muestra de espuma (probeta) cuando se aplica una fuerza en sentidos opuestos (ver Figura N° 11), y se expresa en kilo pascal (KPa).



Fig. N° 11: Prueba de tensión y elongación de una espuma (Fuente propia)

e) Elongación

Es la distancia que recorre una muestra de espuma (probeta), es decir, cuando puede ser estirada la espuma antes de llegar a la ruptura. Esta medida se expresa en porcentaje, ver Figura N° 11).

f) Desgarre

Esta propiedad es importante para aplicaciones donde la espuma estará sometida a esfuerzos tales como estirones, engrampados o cosida. Difiere de la prueba de tensión en que, mientras en la prueba de tensión, el esfuerzo se ejerce sobre un área, en el caso del desgarre el esfuerzo se ejerce de forma lineal.

g) Resiliencia

Es la capacidad de un material de recobrar su forma original después de

haber sido sometido a una compresión determinada, en este caso, con la energía que es capaz de almacenar el material cuando se reduce su volumen.

h) Flujo de aire

Es una medida de la porosidad de la espuma expresada en litros por minuto (L/min). Normalmente una buena espuma debe presentar todas sus celdas completamente permeables, abiertas y flexibles. Es un indicador de durabilidad de la espuma, a menos permeabilidad, menos duración de la misma.

2.3 NORMA INTERNACIONAL ASTM D 3574-2011

En este acápite se realizará un resumen de la norma que se empleará para el desarrollo de las propiedades físico mecánicas. En el Anexo A se encuentra la norma original que lleva por nombre “Standard Test Methods for Flexible Cellular Materials – Slab, Bonded and Molded Urethane Foams”[8].

2.3.1 Alcance

- Los métodos presentados en la norma internacional ASTM D 3574-2011 son aplicables para espumas flexibles de poliuretano.
- Esta norma no pretende señalar los problemas de seguridad si es que los hubiese, por lo que es responsabilidad del usuario de la norma establecer adecuadas prácticas de seguridad y salud, así como determinar la aplicabilidad de las limitaciones reglamentarias antes de su uso.
- Los valores indicados en unidades SI (Sistema Universal) deben ser considerados como estándar.

2.3.2 Condiciones generales de ensayo

El producto deberá estar condicionada a la temperatura de 23 ± 2 °C y en una atmósfera de $50 \pm 5\%$ de humedad relativa durante por lo menos 12 h antes de ser evaluado.

2.3.3 Muestreo

- Las muestras representativas del lote serán seleccionados al azar como sea necesario para el método de ensayo aplicado.
- El método de corte y la posición exacta de las muestras de donde deben ser tomadas, deberá ser especificado por el cliente. La densidad y el estado de curado pueden variar en diferentes partes del producto final, especialmente si la muestra es de forma complicada o de espesor variable, y estos factores pueden afectar las propiedades físicas mecánicas de las muestras.

2.3.4 Medición de las probetas

Medir las longitudes utilizando un pie de rey o una escala graduada, tener cuidado de no deformar la espuma. Para la medida de espesor de hasta 25 mm, se utilizará una altura o calibre pantalla electrónica con una superficie mínima de pie de 650 mm^2 . Mantenga la presión de los pies de calibre hasta un máximo de 800 Pa. Los espesores más de 25 mm serán medidos con un medidor de altura, pantalla electrónica o un deslizante pie de rey.

2.3.5 Método A: Prueba de densidad

Este método de ensayo cubre la determinación de la densidad a partir de la masa y el volumen de la muestra.

Equipos y Materiales:

- a) Regla metálica calibrada graduada en milímetros, alcance 60 cm y con resolución de 1mm.
- b) Balanza de precisión digital XS 802 S de 2 decimales, de 0 – 810g de capacidad, con resolución de 0.01g.
- c) Reloj comparador digital acoplado con placa de contacto circular y placa rectangular.

Preparación de muestras:

- a) El ensayo cubre la determinación de la densidad del centro (“Core density”), muestra representativa de forma regular ya sea circular o cuadrada, libre de piel y de líneas de densificación, no menor a 1000 mm³ en volumen, libre de agujeros y defectos, tomada lo más cerca posible a la sección de la cual fueron tomadas las muestras para ensayo de tensión y rasgado.
- b) Acondicionar la muestra como se indica en el punto 2.3.2.

Procedimiento:

- a) Pesar la muestra: Colocar la muestra en forma vertical y apoyada sobre el lado del espesor sobre la balanza de modo que quede centrada en el plato de pesaje y anotar el peso en gramos que indica la balanza una vez que se ha estabilizado.
- b) Determinar las dimensiones de la muestra (largo, ancho y espesor) con la regla metálica en mm.
- c) Calcular la densidad de la muestra (kg/m³).

Cálculos:

Calcular la densidad en kg/m³, como sigue en la ecuación N°03:

$$Densidad = \frac{Masa(g) \times 10^6}{Volumen (mm^3)}$$

Donde: Volumen= Ancho (mm) x Largo (mm) x Espesor (mm).

2.3.6 Método E: Pruebas tensiles

El objetivo de este método es determinar el efecto de la aplicación de una fuerza de tensión en la espuma. Las mediciones se realizan para resistencia a la tracción y alargamiento (elongación) a la rotura.

Equipos y Materiales:

- a) Máquina de ensayos universal Eja Vantage 10 KN, programar dicha máquina a una velocidad de 500 +/- 50 mm/min.
- b) Software MAP 3.0 versión 5.7.
- c) Celda de carga 250 N.
- d) Mordazas neumáticas, superior e inferior.
- e) Regla metálica graduada en milímetros, alcance 150 mm y con resolución de 1mm.
- f) Insertos de 5 x 7.2 cm.

Preparación de muestras:

- a) Cortar 5 probetas de la parte central del bloque, libres de piel, agujeros y líneas de densificación con dimensiones de ancho mayor a 50 mm, largo mayor a 150 mm y de espesor 12.5 +/- 1.5 mm el cual debe estar en la dirección de crecimiento de la espuma. (Figura N°12).

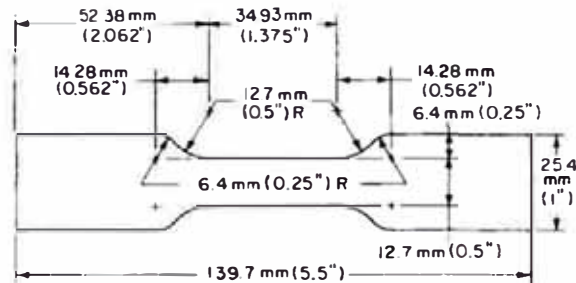


Fig. N°12: Dimensiones de la probeta de Pruebas Tensiles.

(Fuente: Norma ASTM D 3574-2011)

- b) Acondicionar las muestras como se indica en el punto 2.3.2.

Procedimiento:

- Armar el equipo para las pruebas de fuerzas tensiles colocando la celda de carga de 250 N. Colocar las mordazas neumáticas superior e inferior, los insertos y conectar las mangueras neumáticas a las respectivas entradas de aire.
- Encender el equipo Eja Vantage.
- Verificar la llave de aire comprimido este abierta y que la presión se encuentre en aproximadamente 4 bar.
- En la computadora abrir el programa del equipo: Software MAP 3.0. En la ventana de Scripts, seleccionar el archivo ASTM D3574E 07192010%tas.
- Regular la distancia entre mordazas (las mordazas deben estar cerradas) hasta obtener una distancia entre éstas de 63.5 mm subiendo o bajando la mordaza superior con los botones de desplazamiento "Up" y "Down", medir la separación con regla metálica graduada.
- Abrir las mordazas y colocar las "pestañas" de la probeta entre los insertos de las mordazas y acomodarlas simétricamente, a fin de distribuir la tensión de manera uniforme a lo largo de toda la sección,

tratando de hacer la menor carga posible.

- g) Presionar Clear y efectuar la prueba haciendo click en el botón TEST.
- h) Realizar la prueba en al menos de 3 probetas y máximo en 5 probetas por muestra, en el caso de evaluarse más de 3 probetas, se procede a descartar los resultados de las restantes, teniendo en consideración los siguientes criterios:
 - De la gráfica, eliminar aquellos cuyos resultados muestren mayor dispersión.
 - Los resultados que no descarten deben encontrarse dentro del promedio de resultado +/- 20%.

Cálculos:

El programa realiza los cálculos automáticamente, en la cual reporta el promedio de las 3 probetas evaluadas:

- Tensión en el punto de rotura (valor promedio), expresado en KPa.
- Elongación en el punto de rotura (valor promedio), expresado en %.
- Fuerza expresada en KPa. a un valor predeterminado de elongación.

2.3.7 Método F: Prueba de Resistencia al desgarre

Equipos y Materiales:

- a) Máquina de ensayos universal Eja Vantage 10 kN, programar dicha máquina a una velocidad de 500 +/- 50 mm/min.
- b) Software MAP 3.0 versión 5.7.
- c) Celda de carga 250 N.
- d) Mordazas neumáticas, superior e inferior.
- e) Regla metálica graduada en milímetros, alcance 150 mm y con resolución de 1mm.
- f) Insertos de 5 x 7.2 cm.

Preparación de muestras:

- a) Cortar 5 probetas con dimensiones de acuerdo a la Figura N°13, libres de piel, agujeros y líneas de densificación.
- b) Para el corte de muestras utilizar una cuchilla lo suficientemente afilada y libre de aserraduras, a fin de evitar bordes irregulares en la probeta y cuidando que los lados sean paralelos y perpendiculares uno con otro.
- c) Dicha probeta debe tener un pre-corte de 40 mm, ver Figura N°13.
- d) Acondicionar las muestras como se indica en el punto 2.3.2.

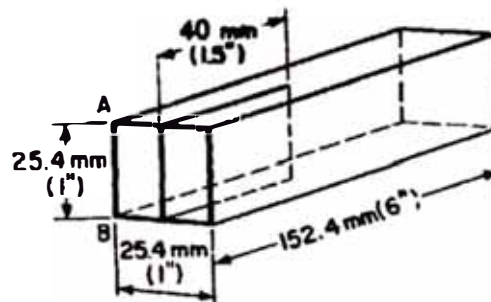


Fig. N°13: Dimensiones de la probeta de Resistencia al desgarro.

(Fuente: Norma ASTM D 3574-2011)

Procedimiento:

- a) Armar el equipo para las pruebas de desgarro colocando la celda de 250 N. Colocar las mordazas neumáticas superior e inferior, los insertos y conectar las mangueras neumáticas a las respectivas entradas de aire.
- b) Encender el equipo Eja Vantage.
- c) Verificar la llave de aire comprimido esté abierta y que la presión se encuentre en aproximadamente 4 bar.
- d) En la computadora abrir el programa del equipo: Software MAP 3.0. En la ventana de Scripts, seleccionar el archivo ASTM D3574 F 092409%tas.
- e) Regular la distancia entre mordazas (las mordazas deben estar cerradas)

hasta obtener una distancia entre éstas de 50 mm subiendo o bajando la mordaza superior con los botones de desplazamiento “Up” y “Down”, medir la separación con regla metálica graduada.

- f) Abrir las mordazas y colocar las “pestañas” de la probeta entre los insertos de las mordazas y acomodarlas simétricamente, a fin de que cada lengüeta se sostenga del inserto en todo su ancho, para jalar a lo largo de la muestra y que los insertos ajusten la muestra de forma apropiada. Para el centrado de la probeta hacer coincidir las marcas realizadas en la probeta con el borde superior de los insertos de las mordazas superior e inferior.
- g) Presionar Clear y efectuar la prueba haciendo click en el botón TEST del menú.
- h) Durante el ensayo direccionar la propagación del desgarro con ayuda de una cuchilla, de modo tal que éste se produzca en la zona central de la probeta. Esta actividad se realizará hasta la ruptura de la probeta o después de que se haya producido el desgarro de al menos 50 mm de longitud.
- i) Realizar la prueba en al menos de 3 probetas y máximo en 5 probetas por muestra, en el caso de evaluarse más de 3 probetas, se procede a descartar los resultados de las restantes, teniendo en consideración los siguientes criterios:
 - De la gráfica, eliminar aquellos cuyos resultados muestren mayor dispersión.
 - Los resultados que no descarten deben encontrarse dentro del promedio de resultado +/- 20%.

Cálculos:

El programa realiza los cálculos automáticamente, en la cual reporta el promedio de las 3 probetas evaluadas:

- Fuerza de desgarro (valor promedio), expresado en N/m.

2.3.8 Método G: Prueba de Flujo de aire

Esta prueba mide la facilidad de paso de aire a través de un material celular, como una medida indirecta para determinar las características de la estructura de las celdas.

Equipos y Materiales:

- a) Equipo de flujo de aire (Foam Porosity Tester), con un rango de caudal de 5 – 500 L/min.
- b) Regla metálica graduada en milímetros, alcance 50 mm y con resolución de 1mm.

Preparación de muestras:

- a) Cortar de la parte central del bloque, 3 probetas de dimensiones 51 +/- 3mm x 51 +/- 3mm x 25 +/- 5mm, libres de piel. Se debe tener en cuenta que las probetas deben guardar paralelismo entre sus lados. La dirección del espesor de las probetas debe ser igual a la dirección de crecimiento de la espuma.
- b) Realizar la prueba en 3 probetas de cada bloque muestreado.
- c) Acondicionar las muestras como se indica en el punto 2.3.2.

Procedimiento:

- a) Coloque la probeta a ensayar en la zona de prueba del equipo (cavidad). Asegurarse de que la probeta cubra toda la cavidad, de modo que los bordes de ésta se encuentran al ras con los bordes de la cavidad a fin de asegurar que no habrá escape de aire por esta zona.
- b) Encender el equipo de flujo de aire.

- c) Girar lentamente la perilla de control de velocidad de flujo de aire (inicialmente en cero) hasta que el indicador de presión marque 125 +/- 1 Pa. y se mantenga esta lectura al menos 10 segundos.
- d) Registrar la lectura del caudal de aire que se visualiza en el indicador de caudal del equipo.
- e) Girar lentamente la perilla de control de velocidad de flujo hasta su posición inicial (marcando "0").
- f) Retirar la muestra de la cavidad.
- g) Repetir el procedimiento anterior para las dos probetas restantes.

Cálculos:

Calcular el promedio de las 3 mediciones realizadas, ecuación N°04:

$$Q = \frac{Q1 + Q2 + Q3}{3}$$

Donde:

Q1: Caudal de aire en la probeta 1 en L/min.

Q2: Caudal de aire en la probeta 2 en L/min.

Q3: Caudal de aire en la probeta 3 en L/min.

2.3.9 Método H: Prueba de Resiliencia

El objetivo de esta prueba es determinar la altura de rebote de una esfera de acero luego de dejarla caer sobre una muestra de espuma.

Equipos y Materiales:

- a) Equipo de resiliencia.
- b) Regla metálica graduada en milímetros, alcance 50 mm y con resolución de 1 mm.

Preparación de muestras:

- a) Cortar de la parte central del bloque, 3 probetas de dimensiones 100 mm x 100 x 50 mm (no menor a 30 mm), libres de piel. Se debe tener en cuenta que la superficie superior e inferior de las probetas deben guardar paralelismo entre si y sobretodo que los lados deben guardar perpendicularidad. La dirección de la probeta debe ser igual a la dirección de crecimiento de la espuma.
- b) Realizar la prueba de en 3 probetas de cada bloque muestreado.
- c) Acondicionar las muestras como se indica en el punto 2.3.2.

Procedimiento:

- a) Colocar la probeta a ensayar centrada en base circular ubicado en la plataforma del equipo de resiliencia.
- b) Regular la altura del tubo acrílico deslizando el soporte de fijación por la columna del equipo, teniendo en cuenta lo siguiente: la probeta debe estar centrada con respecto al tubo acrílico y la base de apoyo del tubo acrílico debe hacer ligero contacto con la superficie de la muestra, pero sin deformarla y/o reposar su peso sobre ésta.
- c) Colocar la esfera de acero en la placa de soporte utilizando la varilla portaesfera imantada. Girar la perilla de la placa de soporte de la esfera cuidadosamente hacia la derecha hasta el tope, de modo que permita la caída libre de la esfera hacia la superficie de la muestra. Si la esfera choca con el tubo acrílico ya sea en la caída libre o en el rebote, el valor obtenido se invalida. Esta condición puede ocurrir cuando no se tiene verticalidad en el tubo acrílico o cuando la superficie de la probeta es irregular.
- d) Registrar la lectura de porcentaje de rebote (%) que se visualiza en la pantalla del instrumento.
- e) Retirar la esfera levantando la cubierta plástica del tubo acrílico y

recogiéndola con la varilla portaesfera imantada.

- f) Repetir 2 veces el procedimiento descrito en la misma probeta y en la misma zona de prueba.
- g) Calcular el promedio de las 3 mediciones realizadas por probeta.
- h) Repetir el procedimiento anterior en las 2 probetas restantes.

Cálculos:

Calcular el promedio de las 3 mediciones realizadas por probeta y posteriormente calcular el promedio de los 3 promedios obtenidos, ecuación N°05:

$$P = \frac{P1 + P2 + P3}{3}$$

Donde:

P1: Promedio de 3 mediciones realizadas en la probeta 1 en %.

P2: Promedio de 3 mediciones realizadas en la probeta 2 en %.

P3: Promedio de 3 mediciones realizadas en la probeta 3 en %.

2.3.10 Método I3: Prueba de Fatiga dinámica

El objetivo de este método es determinar la pérdida de IFD (Indentation Force Deflection, por sus siglas en inglés), pérdida de espesor y daño estructural en una muestra de espuma sometida a una carga cíclica determinada.

Equipos y Materiales:

- a) Máquina de ensayos universal Eja Vantage 10KN.
- b) Software MAP-3.0 versión 5.7.
- c) Celda de carga de 2000 N.
- d) Plato indentador circular con diámetro de 203 mm, con adaptador.

- e) Plataforma perforada cuadrada (diámetro de orificios: 6.5 mm y distancia entre centros de 20 mm) con patas.
- f) Máquina deflexionadora con fuerza vertical de 750 +/- 20 N sobre la muestra a su máxima indentación, equipado con un conjunto indentador y un plato perforado.
- g) Timers.

Preparación de muestras:

- a) Cortar una probeta de dimensiones 380 mm x 380 mm x 50 mm, libre de piel. El espesor de la probeta debe ser en dirección de crecimiento de la espuma.
- b) Acondicionar la muestra como se indica en el punto 2.3.2.

Procedimiento:

- a) Armar el equipo colocando la celda de carga de 2000 N, así como el plato indentador en la parte superior y debajo la plataforma perforada como base de apoyo de la probeta.
- b) Encender el equipo Eja Vantage y la computadora, esperar por lo menos 5 minutos para que se estabilicen.
- c) En la computadora, abrir el programa del equipo: Software MAP-3.0.
- d) En la ventana Script Dinamómetro, seleccionar el archivo 40% Compresion Metric tas.
- e) Llevar el plato indentador hasta una posición muy cercana a la superficie de la plataforma perforada (sin que llegue a tocarlo). Llevar a cero el plato indentador (el cero es cuando hace contacto con la plataforma perforada).
- f) Subir el plato hasta una altura referencial "open distance". la cual debe ser mayor al espesor de la muestra a ensayar.
- g) Colocar la muestra sobre la plataforma perforada del Eja Vantage. La

posición de la muestra debe ser de tal modo que permita practicar la indentación en su parte central.

- h) Marcar el área de prueba con un plumón, circunscribiendo el plato indentador.
- i) Llevar a cero la posición y la fuerza presionando los botones “Zero Load” y “Zero Position” de la ventana “Position” que se visualiza en la parte derecha de la pantalla.
- j) Presionar la opción PRE-TEST de la barra de herramientas a fin de preflexionar el área a ser probada. Luego de la preflexión presionar el timer y dejar reposar la muestra por 6 +/-1 minuto.
- k) Indentar la muestra hasta el 40% de su espesor, presionando la opción TEST de la barra de herramientas.
- l) Colocar la muestra sobre la base del plato de la máquina deflexionadora, con la cara donde se realizó la indentación al 40% hacia el disco indentador. La distancia inicial entre el conjunto indentador y la superficie de la muestra se regulará de acuerdo a la dureza de la muestra.
- m) Encender la llave general de la máquina de fatiga y programar el número de ciclos de ensayo que se desea ejecutar (el procedimiento A utiliza 8000 ciclos, aproximadamente 2 horas) a una frecuencia de 70 +/-5 ciclos/minuto.
- n) Durante el ensayo y a medida que la espuma se ablande, se deberá ir ajustando la distancia entre el conjunto indentador y la superficie de la muestra para asegurar que ésta realice un esfuerzo constante.
- o) Una vez finalizado los ciclos programados, retirar la muestra del plato y dejar reposar la muestra sin carga por 60 +/- 5 min. Contabilizar este tiempo con la ayuda de un timer.
- p) Repetir el procedimiento i) a k).

Cálculos:

Calcular el porcentaje de pérdida de espesor, de la siguiente forma en la ecuación N°06:

$$F1 = \frac{t_o - t_f}{t_o} \times 100$$

F1 = pérdida de espesor (%)

t_o = espesor original de la muestra

t_f = espesor final de la muestra (después de la fatiga)

Calcular el porcentaje de pérdida de IFD, como sigue en la ecuación N°07:

$$FL = \frac{L_o - L_f}{L_o} \times 100$$

FL = Pérdida de fuerza de indentación al 40% (%)

L_o = Valor de fuerza de indentación al 40% original

L_f = Valor de fuerza de indentación al 40% final (después de la fatiga).

III. ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES FÍSICO MECÁNICAS EN ESPUMAS FLEXIBLES DE POLIURETANO DEBIDO AL CARBONATO DE CALCIO NORMA ASTM D 3574

3.1 SISTEMA PRODUCTIVO ACTUAL

3.1.1 Proceso de producción

El sistema productivo empleado es el proceso discontinuo, el cual se realiza en cajones. A continuación detallaremos los reactivos químicos, materiales y equipos utilizados durante el proceso de producción para ambos métodos de estudio.

Reactivos químicos

- Polirol poliéter convencional
- Isocianato de tolueno (TDI).
- Silicona
- Catalizador de amina terciaria
- Catalizador de octoato de estaño
- Agua (H₂O)

Materiales

- Vasos de precipitación
- Bagueta de vidrio.
- Espátula de madera.
- Recipiente de acero inoxidable de 5 litros.

Equipos

- Balanza analítica
- Cronómetro
- Cajón de madera de dimensión 60 cm x 60 cm x 60 cm con lados verticales abatibles revestidos con bolsas plásticas comunes.

3.1.2 Especificaciones técnicas de la materia prima

La materia prima utilizada en la fabricación de EFP presenta ciertas especificaciones técnicas, que las encontramos en sus fichas técnicas.

Anexo B: Ficha técnica del Polioli convencional

Anexo C: Ficha técnica del Diisocianato de tolueno

Anexo D: Ficha técnica de la Silicona

Anexo E: Ficha técnica de la Amina terciaria

Anexo F: Ficha técnica del Octoato de estaño

Anexo G: Ficha técnica de la Glicerina

3.1.3 Caracterización de la máquina y equipos utilizados

a) Máquina de Ensayos Universal Eja Vantage 10 kN

Esta máquina tiene la mayor capacidad ya que proporciona hasta 10 kN (2.000 libras) de la tensión / fuerza de compresión. Tiene el sistema electrónico totalmente integrado y el control del software para la eliminación de las complicaciones de la interconexión con las cajas de control externo o tarjetas de PC adicionales.

Se puede configurar con dos celdas de carga y una variedad de accesorios de prueba que permite al operador para cambiar de una prueba a otra sin ningún tiempo de inactividad.

Amplia selección de mordazas y amplia gama de pruebas, incluyendo la tracción, compresión, ciclismo, rotura, explosión, curva, relajación de la tensión [19].

En la Figura N°13, se muestra la celda de carga de 250N (también existe la celda de carga de 2000N), la mordaza superior e inferior y los insertos de 5 x 7.2 cm.



Fig. N°13: Máquina de Ensayos Universal (Fuente propia)

b) Máquina deflexionadora

La deflexionadora mostrada en la Figura N°14, presenta un conjunto de pesas de 75 +/- 3 kg y una superficie perforada cuadrada de dimensiones 500 mm x 500 mm x 10 mm, con perforaciones de 6.5 mm de diámetro y separadas 20 mm sobre un área de 350 mm x 350 mm.



Fig. N°14: Máquina deflexionadora (Fuente propia)

c) Balanza de precisión digital XS 802

Tabla N°01. Especificaciones de la balanza digital XS 802

Capacidad	810 g
Resolución	0.01 g
Campo de tara	0- 810g
Repetibilidad	8 mg
Linealidad	± 20 mg
Carga excéntrica	20 mg
Tiempo de estabilización (típico)	1.2 s
Velocidad de actualización de la interfaz	23 / s

Fuente: Elaboración propia [20]

Fig. N°15: Balanza digital XS 802 (Fuente: <http://www.lab-balance.com>)

d) Equipo de Resiliencia (Ball Rebound Tester)

La esfera de acero sirve para la determinación de la elasticidad de la resistencia de la espuma de acuerdo a las normas internacionales, DIN EN ISO 8307 y ASTM D 3574.

Una medición fiable se hace por la esfera de acero debido a su innovadora tecnología de pruebas. Corto período de entrenamiento, ciclo de medición corto, no es necesario ajustar una pantalla de dos para leer el valor medido y el valor de la mediana en %. [21].



Fig. N°16: Equipo de resiliencia (Fuente: <http://www.directindustry.com/>)

e) Equipo de Flujo de aire (Foam Porosity Tester)

La porosidad de la espuma es un instrumento para el control de la porosidad y para determinar la facilidad con la que el aire pasa a través de una estructura celular.

Una impresora también es compatible el probador digital para permitir una impresión de salida de resultados de la prueba [22].



Fig. N°17: Equipo de flujo de aire (Fuente: <http://www.ferret.com>)

3.1.4 Formulación del producto actual

Los reactivos principales empleados en la elaboración de las diferentes muestras fueron: Polioli convencional con un número de hidroxilos 56 KOH/g (ver Anexo B) y TDI 80/20 una mezcla de 80% de diisocianato

2,4 de tolueno y 20% diisocianato 2,6 de tolueno (ver Anexo C).

Para poder realizar las comparaciones entre ambos métodos (actual y propuesto) realizaremos diferentes muestras de espumas con la misma densidad, $D= 20 \text{ kg/m}^3$, para lo cual el índice de expansión será de 4.8 (Palomares) así que las partes de agua en la mezcla será 4.8 debido a que no utilizaremos cloruro de metileno en la formulación (agente de expansión) según la ecuación N°02. El cálculo del TDI se realizó con la ecuación N° 01. reemplazando en dicha ecuación para un N°OH igual a 56, se tiene que las partes de TDI es 55.081, pero como el TDI es el reactivo en exceso consideramos un exceso de 15% (Index 115) por lo cual se tiene que las partes de TDI es 63.344. Los demás reactivos son hallados de acuerdo a la experiencia y al rango sugerido por Palomares.

La formulación para el método actual será basado en la utilización de 3 Kg. de polioliol (base de polioliol: 100) como se muestra en la siguiente tabla, con lo cual se tiene una masa total de 5.087 kg.

Tabla N° 02: Formulación química de la muestra 1

Muestra 1: 0% de CaCO₃		
Reactivos	Partes por polioliol	Peso en kg.
Polioliol	100.0	3.0
TDI (Index 115)	63.344	1.9
Agua	4.80	0.144
Silicona	1.067	0.032
Amina	0.14	0.0042
Octoato de estaño	0.20	0.006
		5.087

Fuente: Elaboración propia

3.1.5 Procedimiento experimental actual

- a) Se pesó en dos vasos precipitados el TDI y el catalizador octoato de estaño, los cuales fueron los primeros en separarse de los demás aditivos, se mezclan en un solo recipiente de acero inoxidable, agitando lentamente con la bagueta para homogenizar la mezcla.
- b) En otros vasos precipitados se pesa el polioliol, agua, silicona y amina, primero se vierte la amina a la silicona, dicha mezcla se vierte al recipiente que contiene el polioliol junto con el agua, se homogeniza la mezcla con la bagueta con el fin de remover todas las partes. Se realiza un prebatido de la mezcla (15 segundos) y se deja reposar 2 minutos con el fin de que las burbujas de aire no queden atrapadas.
- c) Se añade la mezcla que contiene al polioliol a la mezcla del TDI realizando un prebatido de 5 segundos. La mezcla de espuma se vierte inmediatamente al cajón que se utiliza como molde y se toma el tiempo de reacción, lo cual se evidencia cuando salen las burbujas en la superficie de la espuma, desde que se añadió el polioliol.
- d) Se deja curar la muestra por el tiempo de 48 horas en el área de curado para que se vaporicen las aminas y trazas de TDI.
- e) Una vez cumplido su tiempo de curado la muestra, se procede a cortar las probetas para evaluar ensayos respectivos.

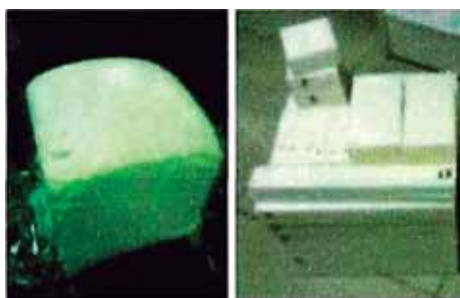
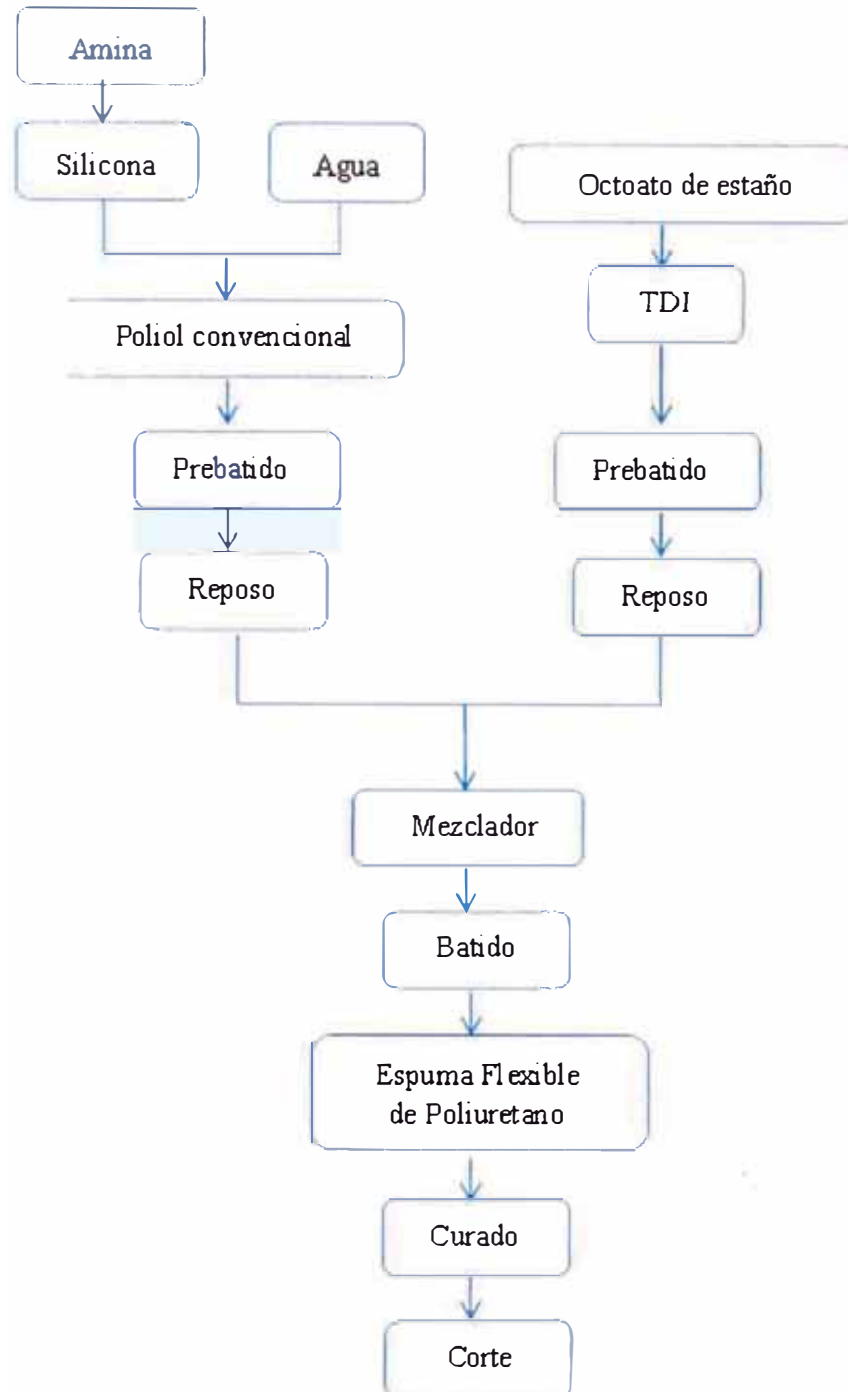


Fig. N°18: Bloque de espuma flexible de poliuretano (Fuente propia)

3.1.6 Diseño experimental actual



3.1.7 Evaluación de las propiedades físico mecánicas

Los resultados de las pruebas de laboratorio para la evaluación de las propiedades físico mecánicas se encuentran en el Anexo I.

Tabla N° 03: Propiedades físico mecánicas de la muestra 1

Propiedades	Muestra 1: 0% de CaCO₃
Densidad (kg/m ³)	20.2
IFD inicial 40% (N)	178.4
Pérdida de IFD 40% (%)	35.1
Pérdida de altura 40% (%)	2.1
Fuerza de desgarro (N/m)	333.8
Tensión (KPa)	91.0
Elongación (%)	138.5
Flujo de aire (L/min)	137.0
Resiliencia (%)	34.8

Fuente: Elaboración propia

3.1.8 Costos de materia prima

Para evaluar los costos de materia prima se debe conocer el precio en US\$ de los aditivos empleados por Kg, no se considera el costo de agua. El costo de materia prima para una muestra sin carbonato de calcio, la cual tiene una masa total de 5.087 kg es US\$ 13.069.

Tabla N° 04: Costo de materia prima de la muestra 1 (0% CaCO₃)

Materia prima	Costo en US\$/kg.	Cantidad requerida (kg)	Costo total (US\$)
Poliol convencional	2.20	3.0	6.60
Diisocianato de tolueno	3.20	1.9	6.081
Octoato de estaño	15.00	0.006	0.09
Amina terciaria	10.0	0.0042	0.042
Silicona	8.00	0.032	0.2561
			13.069

Fuente: Elaboración propia

3.2 PROPUESTA DE MEJORA EN EL SISTEMA PRODUCTIVO ACTUAL

3.2.1 Propiedades físicas del carbonato de calcio

El carbonato de calcio a emplear proviene del grupo: “Sulfatos Naturales Ocuaje S.A.C”, el producto recibe el nombre de CALCYMAX “S” (Tiza cruda – carbonato de calcio).

La ficha técnica se encuentra en el ANEXO H.

Tabla N° 05: Propiedades físicas del carbonato de calcio

	Método	Típico	Rango	Unidades
Residuo en tamiz N° 321 (45um)	LAB-IN-012	2.85	2.00-5.00	%
Tamaño máximo (Sedigraph)	Sedimentación	80.0	60.0 a 85.0	um
TMP-d50 (Sedigraph)	Sedimentación	13.9	10.0 a 15.0	%
Blancura (Photovolt-FV)	ASTM E 1347	83.6	82.6 a 85.5	%
Índice de blancura	ASTM E313	42.8	35.2 a 54.6	-
Índice de amarilleo	Fórmula	15.55	14.0 – 15.9	%

Fuente: Elaboración propia

3.2.2 Formulación del producto con carbonato de calcio

Las muestras son obtenidas a temperatura ambiente y a diferentes concentraciones de CaCO_3 teniendo como constantes los demás aditivos en la elaboración de la muestra.

Los reactivos principales empleados en la elaboración de las diferentes

muestras fueron: Carbonato de calcio (CaCO_3) con un tamaño medio de partícula $45 \mu\text{m}$ (ver ANEXO H), polirol convencional con un número de hidroxilos 56 KOH/g y el TDI 80/20 una mezcla de T-80/20, 80% de diisocianato 2,4 de tolueno y 20% diisocianato 2,6 de tolueno.

Para comparar las propiedades de las diferentes concentraciones de carbonato de calcio, se realiza muestras de espumas con la misma densidad teórica, $D= 20 \text{ kg/m}^3$. Las partes utilizadas de polirol, TDI y agua serán las mismas, con el fin de realizar las comparaciones con la muestra inicial (sin carbonato de calcio), por lo que solo varía las partes de silicona, amina, octoato de estaño, carbonato de calcio y glicerina.

La formulación para el método propuesto para fines comparativos, será basada con respecto a la masa total de la formulación de la muestra 1, la cual es 5.087 kg. tal y como se muestra en la siguientes tablas:

Tabla N° 06: Formulación química de la muestra 2

Muestra 2: 20% de CaCO_3		
Reactivos	Partes por polirol	Peso en kg.
Polirol	100.0	2.677
TDI	63.344	1.6957
Agua	4.80	0.1285
Silicona	1.25	0.03346
Amina	0.19	0.005086
Octoato de estaño	0.23	0.006157
Carbonato de calcio	20.0	0.5354
Glicerina	0.20	0.005354
		5.0867

Fuente: Elaboración propia

Tabla N° 07: Formulación química de la muestra 3

Muestra 3: 30% de CaCO₃		
Reactivos	Partes por poliol	Peso en kg.
Poliol	100.0	2.541
TDI	63.344	1.6096
Agua	4.80	0.1220
Silicona	1.34	0.03405
Amina	0.23	0.005844
Octoato de estaño	0.24	0.006098
Carbonato de calcio	30.0	0.7623
Glicerina	0.25	0.006353
		5.0872

Fuente: Elaboración propia

Tabla N° 08: Formulación química de la muestra 4

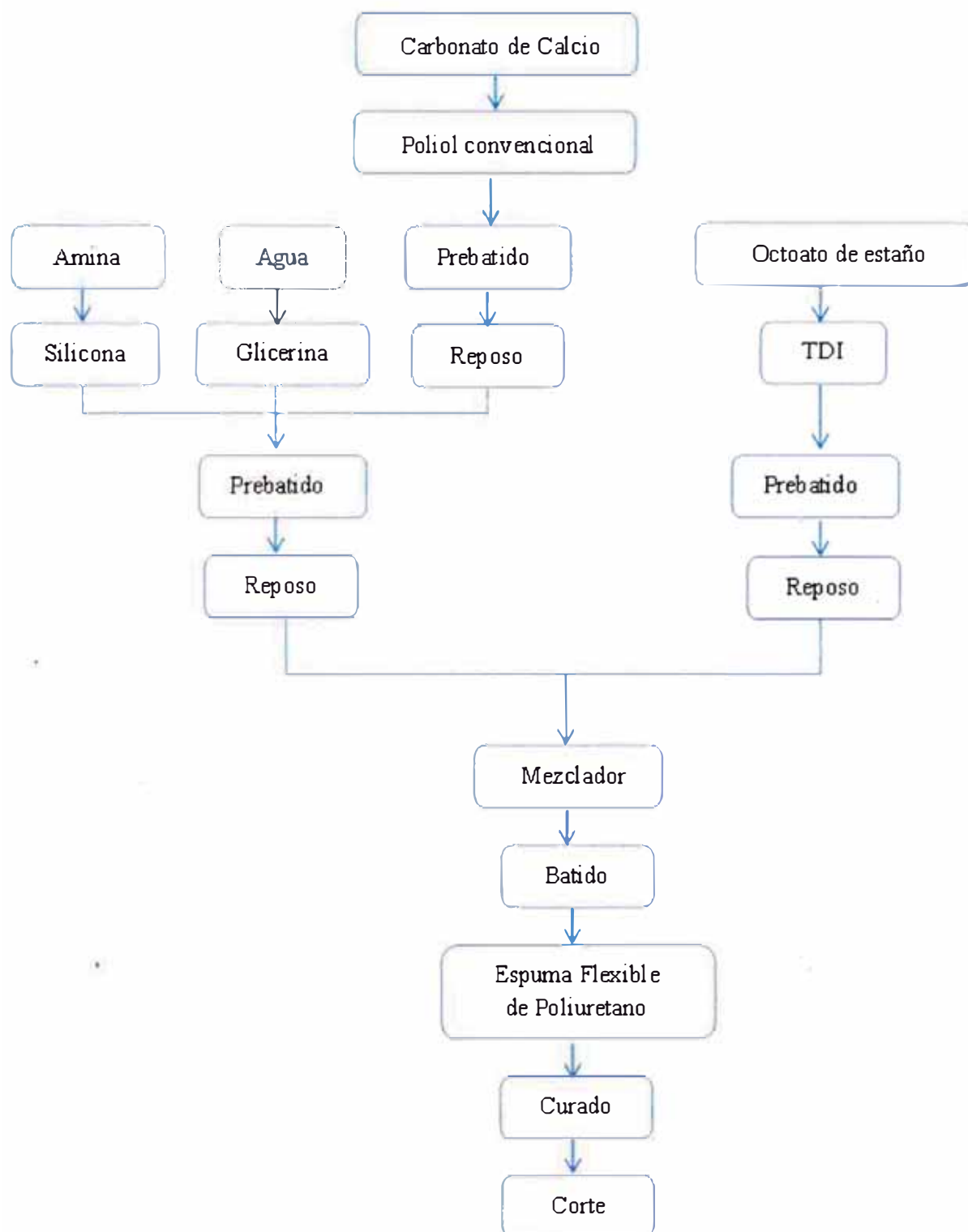
Muestra 4: 40% de CaCO₃		
Reactivos	Partes por poliol	Peso en kg.
Poliol	100.0	2.418
TDI	63.344	1.5317
Agua	4.80	0.1161
Silicona	1.43	0.03458
Amina	0.24	0.005803
Octoato de estaño	0.26	0.006287
Carbonato de calcio	40.0	0.9672
Glicerina	0.30	0.007254
		5.0868

Fuente: Elaboración propia

3.2.3 Procedimiento experimental propuesto

- a) Se mezclan en un recipiente de acero inoxidable, los dos vasos precipitados de TDI y el catalizador octoato de estaño, agitando lentamente para homogenizar la mezcla.
- b) En otros vasos precipitados se pesa el agua, silicona, amina y glicerina, primero se vierte la amina a la silicona, luego se vierte la glicerina al mismo recipiente.
- c) En un vaso precipitado se mezcla el poliol junto con el carbonato, luego de ser pesados individualmente, se homogeniza la mezcla con un prebatido de 15 segundos y se deja reposar unos 30 segundos antes de verter la mezcla al poliol y demás aditivos.
- d) La mezcla preparada en (b) se vierte al recipiente que contiene el poliol con el carbonato junto con el agua, se homogeniza la mezcla con la bagueta con el fin de remover todas las partes. Se realiza un prebatido de la mezcla de 15 segundos y se deja reposar 1.5 minutos (el tiempo es menor debido a que se tiene la presencia de partículas sólidas de carbonato en la mezcla) con el fin de que las partículas de carbonato no se asienten y las burbujas de aire no queden atrapadas dentro de la espuma.
- e) Se añade la mezcla que contiene al poliol a la mezcla del TDI realizando un prebatido de 5 segundos. La mezcla de espuma se vierte al cajón que se utiliza como molde y se toma el tiempo de reacción, lo cual se evidencia cuando salen las burbujas en la superficie de la espuma, desde que se añadió el poliol.
- f) Se deja curar la muestra por el tiempo de 48 horas en el área de curado para que se vaporicen las aminas y trazas de TDI.
- g) Una vez cumplido su tiempo de curado la muestra; se procede a cortar las probetas para evaluar ensayos respectivos.

3.2.4 Diseño experimental propuesto



3.2.5 Evaluación de las propiedades físico mecánicas

Los resultados de las pruebas de laboratorio para la evaluación de las propiedades físico mecánicas, se encuentran en el Anexo I, para los ensayos de densidad, indentación de una fuerza al 40% de su altura inicial (antes y después de la compresión), tensión y elongación.

Tabla N° 09: Propiedades físico mecánicas de la muestra 2, 3 y 4.

Propiedades	Muestra 2: 20% CaCO ₃	Muestra 3: 30% CaCO ₃	Muestra 4: 40% CaCO ₃
Densidad (kg/m ³)	22.1	23.0	24.3
IFD inicial 40% (N)	202.6	223.5	231.6
Pérdida de IFD 40% (%)	36.8	34.5	35.1
Pérdida de altura 40% (%)	1.9	1.4	1.4
Fuerza de desgarro (N/m)	231.8	212.2	182.3
Tensión (KPa)	68.4	72.1	72.7
Elongación (%)	84.9	82.8	69.1
Flujo de aire (L/min)	94.0	91.3	76.3
Resiliencia (%)	33.1	33.2	29.5

Fuente: Elaboración propia

3.3. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

La Gráfica N°06 muestra la variación del tiempo de reacción con respecto al porcentaje de CaCO₃, se observa que a medida que se incrementa el porcentaje de CaCO₃, aumenta ligeramente el tiempo de reacción debido a la mayor masa de carbonato en la mezcla de espuma. No hay tanta diferencia en el tiempo de reacción de las muestras, debido a que todas las muestras con carbonato tienen presentes en su formulación a la glicerina, este aditivo ayuda al entrecruzamiento de las celdas de

formación acortando el tiempo de reacción.

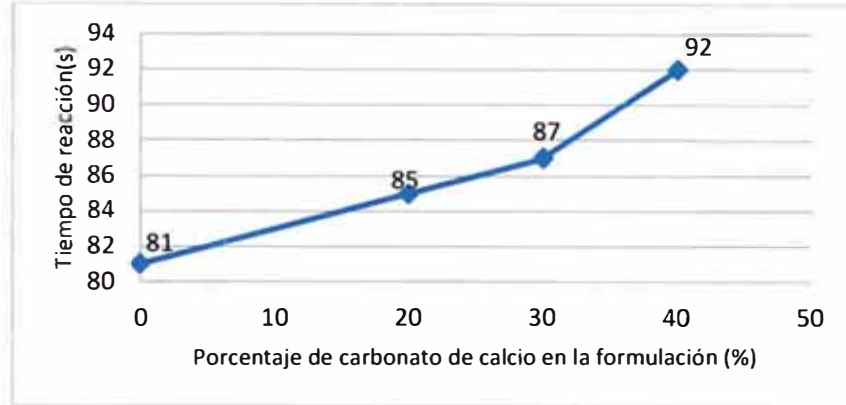


Gráfico N°06: Tiempo de reacción vs. concentración de CaCO_3 .
(Fuente propia)

A continuación, se realizarán gráficos de los ensayos evaluados con la finalidad de poder comparar los porcentajes de CaCO_3 en el rango de 0% a 40% de concentración en las propiedades físico mecánicas.

La Gráfica N°07 muestra la variación de la densidad con respecto al porcentaje de CaCO_3 presente en la formulación de las muestras, se observa que a medida que se incrementa el porcentaje de CaCO_3 aumenta la densidad de la espuma, debido a la inserción de las partículas de carbonato ($45 \mu\text{m}$) en las celdas de formación de la EFP, haciendo más compacta la muestra de espuma.

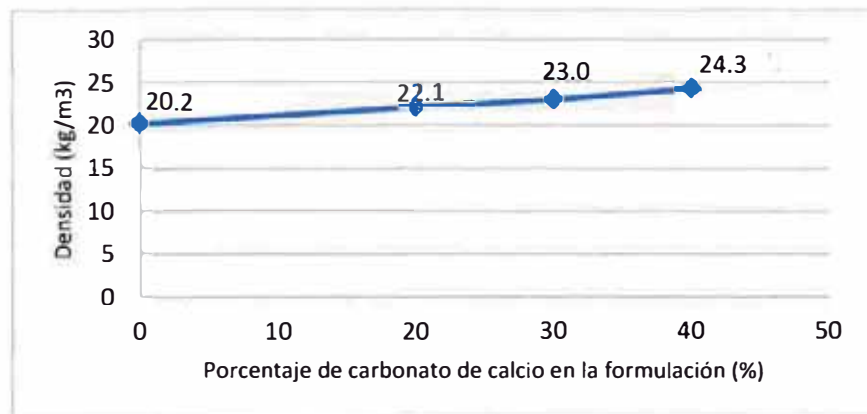


Gráfico N°07: Densidad de la espuma vs. concentración de CaCO_3 . (Fuente propia)

La Gráfica N°08 muestra la variación de la Fuerza de indentación al 40% de su altura inicial expresada en Newton con respecto al porcentaje de CaCO_3 presente en la formulación de las muestras, se observa que a medida que aumenta la concentración de la carga (CaCO_3) aumenta la dureza de las diferentes muestras, la cual es cuantificada por la fuerza de indentación al 40%, debido a que existe mayor masa inorgánica en las formulaciones, lo que le otorga a las muestras mayor firmeza y dureza.

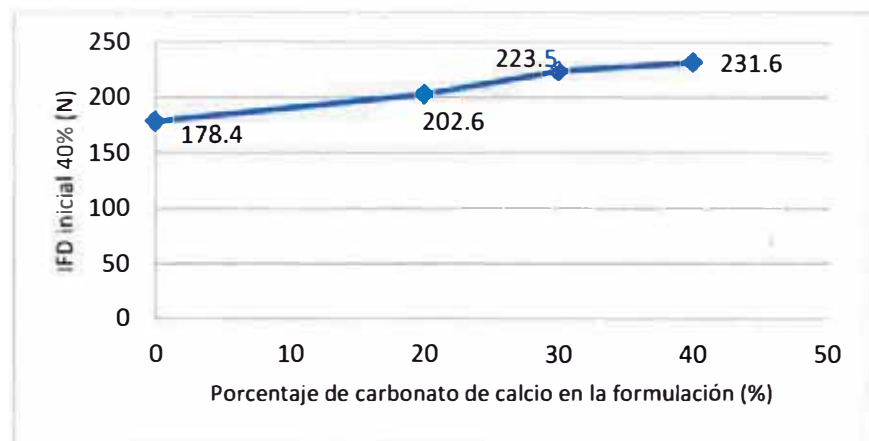


Gráfico N°08: Indentación al 40% (N) de la espuma vs. concentración de CaCO_3
(Fuente propia)

La Gráfica N° 09 muestra la variación de la pérdida de Fuerza de indentación al 40% de su altura inicial con respecto al porcentaje de CaCO_3 presente en la formulación de las muestras, se observa que no presenta un comportamiento definido, presentando mayor pérdida de Fuerza de indentación a la concentración de 20% de CaCO_3 e igual a 36.8%, es decir, se encuentra más deformada la muestra en comparación con las demás y presenta menor pérdida de Fuerza de indentación a la concentración de 30% de CaCO_3 , e igual a 34.5%, es decir que se encuentra menos deformada en comparación con las demás, siendo favorable esta característica.

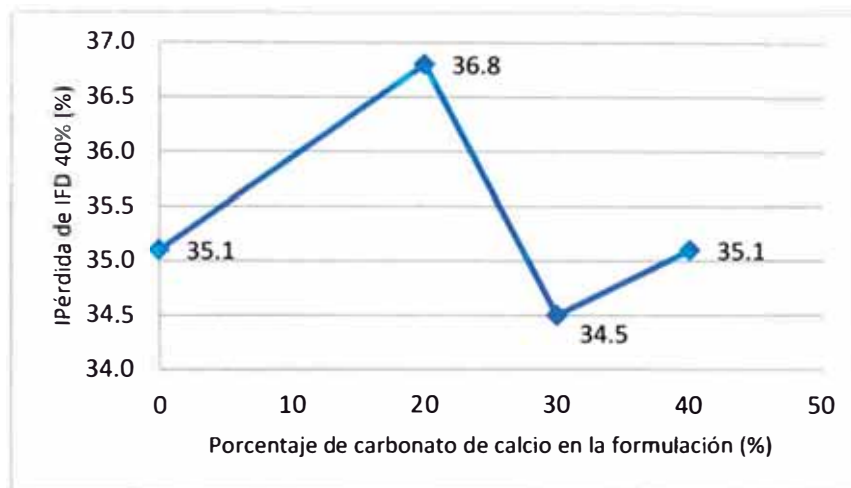


Gráfico N°09: Compresión de la espuma (pérdida de IFD 40% de su altura inicial) vs. concentración de CaCO_3 . (Fuente propia).

La Gráfica N°10 muestra la variación de la pérdida de altura al 40% con respecto al porcentaje de CaCO_3 presente en la formulación de las muestras, se observa que la curva desciende conforme aumenta la concentración de CaCO_3 , además presentan la misma pérdida de altura al 40% a las concentraciones de 30% y 40% de CaCO_3 .

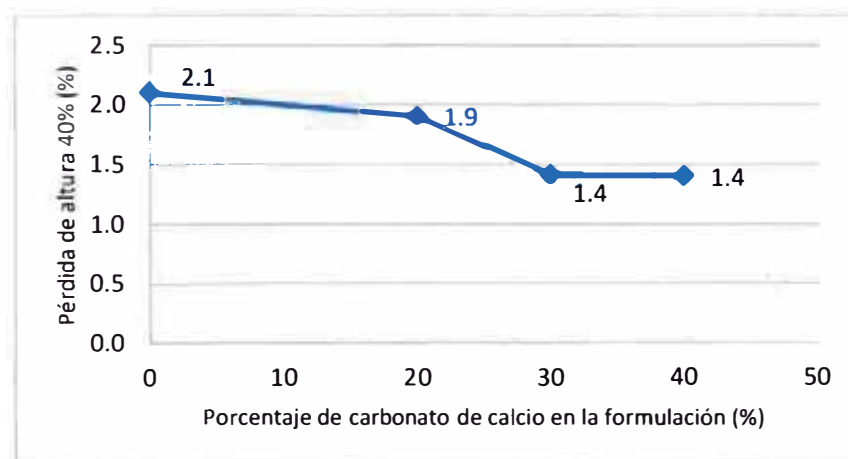


Gráfico N°10: Compresión de la espuma (pérdida de IFD) vs. concentración de CaCO_3 . (Fuente propia).

La Gráfica N°11 muestra la variación de la Fuerza de desgarro expresada en

Newton por metro (N/m), con respecto al porcentaje de CaCO_3 presente en la formulación de las muestras, se observa que la muestra inicial sin CaCO_3 presenta una fuerza de desgarro de 333.8 N/m y las muestras con 20%, 30% y 40% de CaCO_3 presentes en la formulación son aproximadamente 37% menor a la muestra que no contiene carga, disminuyendo la fuerza de desgarro a medida que aumenta la concentración de CaCO_3 . La fuerza de desgarro en las muestras con porcentajes de CaCO_3 presente en la formulación disminuye en general debido a la nueva estructura que adopta la celda de la espuma al añadirse la carga inorgánica.

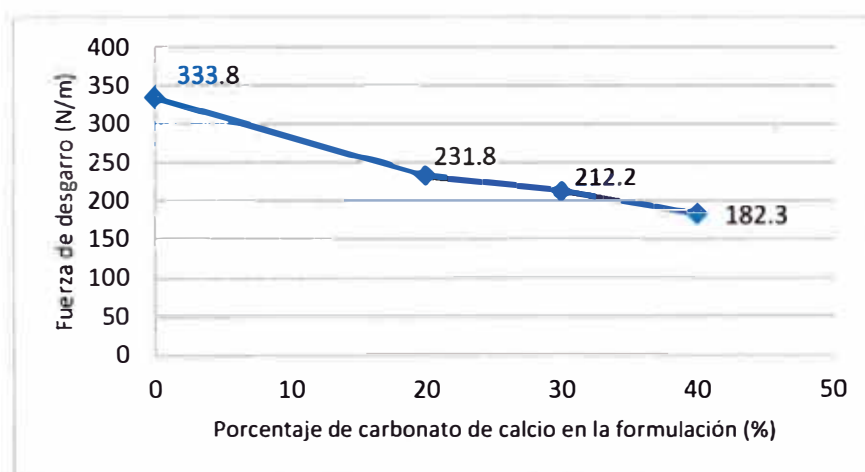


Gráfico N°11: Fuerza de desgarro de la espuma vs. concentración de CaCO_3
(Fuente propia)

La Gráfica N°12 muestra la variación de la Elongación expresada en porcentaje (%), con respecto al porcentaje de CaCO_3 presente en la formulación de las muestras, se observa que la muestra inicial sin CaCO_3 en su formulación presenta buena elongación e igual a 138.5%, mientras que las muestras que presentan carbonato en su formulación van disminuyendo en 43% aproximadamente a medida que aumenta el porcentaje de CaCO_3 en la formulación. La propiedad de elongación en las muestras con porcentajes de CaCO_3 presente en la formulación disminuye en general, debido a la

distribución de las partículas del CaCO_3 , utilizadas como relleno de la superficie sólida para la nucleación heterogénea de la celda, variando así la estructura de la EFP.

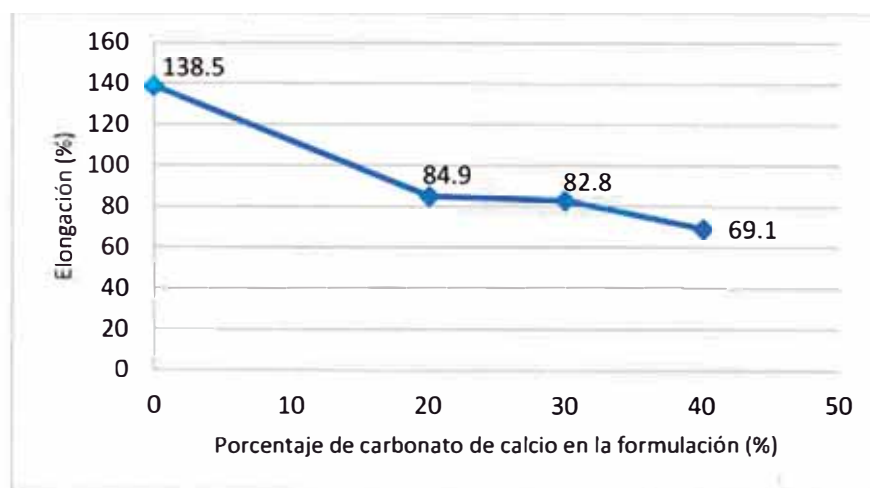


Gráfico N°12: Elongación de la espuma vs. concentración de CaCO_3
(Fuente propia)

La Gráfica N°13 muestra la variación del flujo de aire expresada en litros por minuto (L/min), con respecto al porcentaje de CaCO_3 presente en la formulación de las muestras, se observa que la muestra inicial sin porcentaje de CaCO_3 presenta 137 L/min siendo la celdas de la espuma abiertas (condición favorable) pero a medida que la concentración de CaCO_3 aumenta, esta celda se va cerrando, disminuyendo así un aproximado de 34%. Las muestras con 20% y 30 % de CaCO_3 presentan valores muy cercanos el flujo de aire.

La Gráfica N°14 muestra la variación de la resiliencia expresada en porcentaje (%) con respecto al porcentaje de CaCO_3 presente en la formulación de las muestras, se observa que los valores de resiliencia están bastante cercanos entre sí, es decir no hay mucha dispersión en los datos, cabe recalcar que los valores de resiliencia para las concentraciones de CaCO_3 de 20% y 30% son iguales.

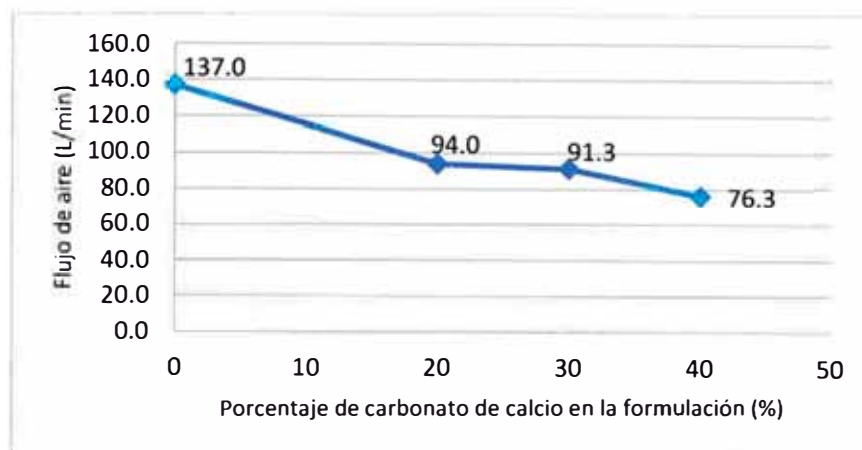


Gráfico N°13: Flujo de aire de la espuma vs. concentración de CaCO_3
(Fuente propia)

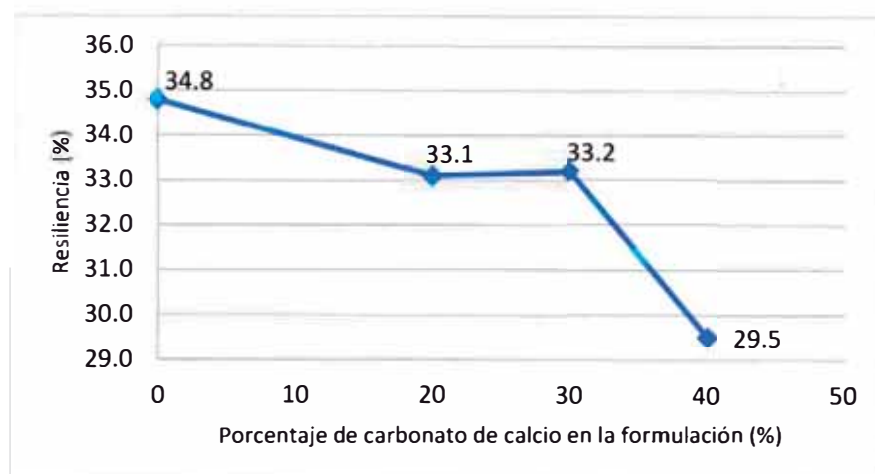


Gráfico N°14: Resiliencia de la espuma vs. concentración de CaCO_3
(Fuente propia)

3.4 VERIFICACIÓN ECONÓMICA DE LA PROPUESTA

Para el análisis de la factibilidad económica de las muestras con carbonato, es necesario conocer los costos de materia prima de cada una.

La Tabla N° 04 no contempla los precios de carbonato y glicerina, los cuales son importantes para el costo de materia prima de las muestras que contienen carbonato de calcio en su formulación química.

Tabla N° 10. Costo de carbonato de calcio y glicerina

Materia prima	Costo en US\$/kg.
Carbonato de calcio	0.10
Glicerina	1.15

Fuente: Elaboración propia

Teniendo presente las Tablas de costos unitarios (Tabla N°04 y Tabla N°10), se calculará los costos de materia prima de las diferentes muestras con carbonato.

El costo de materia prima para una muestra con 20% de carbonato de calcio presente en su formulación es US\$ 11.786, como se muestra en la Tabla N°11.

Tabla N° 11: Costo de materia prima de la muestra 2 (20% de CaCO₃)

Materia prima	Costo en US\$/kg.	Cantidad requerida (kg)	Costo total (US\$)
Poliol convencional	2.20	2.677	5.889
Carbonato de calcio	0.10	0.5354	0.054
Diisocianato de tolueno	3.20	1.6957	5.426
Octoato de estaño	15.00	0.006157	0.092
Amina terciaria	10.0	0.005086	0.051
Silicona	8.00	0.03346	0.268
Glicerina	1.15	0.005354	0.006
			11.786

Fuente: Elaboración propia

El costo de materia prima para una muestra con 30% de CaCO₃, presente en su formulación es US\$ 11.247, como se muestra en la Tabla N°12.

Tabla N° 12: Costo de materia prima de la muestra 3 (30% de CaCO₃)

Materia prima	Costo en US\$/kg.	Cantidad requerida (kg)	Costo total (US\$)
Poliol convencional	2.20	2.541	5.590
Carbonato de calcio	0.10	0.7623	0.076
Diisocinato de tolueno	3.20	1.6096	5.151
Octoato de estaño	15.00	0.006098	0.091
Amina terciaria	10.0	0.005844	0.058
Silicona	8.00	0.03405	0.272
Glicerina	1.15	0.006353	0.007
			11.247

Fuente: Elaboración propia

El costo de materia prima para una muestra con 40% de CaCO₃, presente en su formulación es US\$ 10.755, ver Tabla N°13.

Tabla N° 13: Costo de materia prima de la muestra 4 (40% de CaCO₃)

Materia prima	Costo en US\$/kg.	Cantidad requerida (kg)	Costo total (US\$)
Poliol convencional	2.20	2.418	5.320
Carbonato de calcio	0.10	0.9672	0.097
Diisocianato de tolueno	3.20	1.5317	4.901
Octoato de estaño	15.00	0.006287	0.094
Amina terciaria	10.0	0.005803	0.058
Silicona	8.00	0.03458	0.277
Glicerina	1.15	0.007254	0.008
			10.755

Fuente: Elaboración propia

IV. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

4.1 CONCLUSIONES

1. El carbonato de calcio es un adecuado relleno inorgánico para las espumas flexibles de poliuretano, utilizado para ciertas aplicaciones como el de la propiedad de dureza a menores costos.
2. A medida que aumenta el porcentaje de carbonato de calcio en la formulación química de las muestras, varían las propiedades físico mecánicas de las espumas flexibles de poliuretano.
3. La densidad de las espumas flexibles de poliuretano se incrementa a medida que aumenta el porcentaje de carbonato de calcio presentes en la formulación de las muestras.
4. La dureza de las espumas flexibles de poliuretano se incrementa a medida que aumenta el porcentaje de carbonato de calcio presentes en la formulación de las muestras, lo cual se evidencia con el ensayo de Fuerza de Indentación al 40% de su altura inicial.
5. La muestra de 30% de concentración de carbonato de calcio es la menos deformada y la que tiene baja pérdida de altura, lo cual se evidencia con el ensayo de Fuerza de Indentación al 40% de su altura inicial, siendo una característica favorable en comparación con las demás.
6. La propiedad de la fuerza de desgarro y elongación en las espumas flexibles de poliuretano disminuyen drásticamente con el aumento del porcentaje de carbonato de calcio presente en la formulación de las muestras.
7. La propiedad de flujo de aire en las espumas flexibles de poliuretano disminuye a medida que aumenta la concentración de carbonato de calcio presente en la formulación.
8. La propiedad de resiliencia en las espumas flexibles de poliuretano presenta un comportamiento similar para estas muestras de estudio con porcentajes de

carbonato de calcio en la formulación química.

9. El costo de materia prima para un mismo balance de masa disminuye a medida que se utiliza carga inorgánica (CaCO_3), debido a que se utiliza menor cantidad de polioliol convencional y se emplea en vez de él, CaCO_3 (relleno inorgánico) para proporcionar a la espuma flexible de poliuretano ciertas características para diferentes aplicaciones.
10. La mejor concentración para este análisis es de 30% de carbonato de calcio en su formulación química, debido a que presenta buena propiedad de dureza, menor pérdida de fuerza de indentación y menor pérdida de altura. Las propiedades de fuerza de desgarro, elongación, flujo de aire y resiliencia presentan valores parecidos a la concentración del 20% de carbonato de calcio; sin embargo, el hecho de utilizar mayor porcentaje de carga inorgánica (carbonato de calcio) en reemplazo del polioliol convencional implica reducir costos de materia prima.

4.2 RECOMENDACIONES

Se recomienda el empleo de carbonato de calcio como relleno inorgánico a las espumas flexibles de poliuretano que requieran incrementar la densidad y la dureza de las mismas con la reducción de costos de materia prima, a pesar de los resultados de fuerza de desgarro y elongación, es por ello que se debe tener en claro las aplicaciones de las espumas a elaborar.

V. BIBLIOGRAFÍA

1. ASHIDA, Kaneyoshi – “Polyurethane and Related Foams”. Editorial Taylor and Francis Group, EEUU, 2007, pág. 5-12, 67-82.
2. BELTRÁN, Maribel – MARCILLA, Antonio – “Tecnología de polímeros”, Editorial Universidad de Alicante, 1era Edición, España, 2012, pág. 3-7, 74-75.
3. EAVES, David – “Polymer Foams: Trends in use and technology”. Editorial Rapra Technology Ltd., UK, 2001, pág. 25-50.
4. EAVES, David – “Handbook of Polymer Foams”, Editorial Rapra Technology. Primera edición. UK, 2004, pág. 85-113.
5. IONESCU, Mihail – “Chemistry and Technology of Polyols for Polyurethanes”. Editorial Rapra Technology. UK. 2005, pág. 186-193.
6. KAUSHIVA, Bryan - “Structure, Property Relationships of Flexible Polyurethane Foams”, EEUU, 1999, pág. 5-26.
7. KLEMPNER, Daniel – SENDIJAREVIC, Vahid “Polymeric Foams and Foam Technology”, Editorial Hanser, Segunda edición, Alemania, 2004, pág. 84-110.
8. Norma ASTM D3574-2011 “Flexible Cellular Materials – Slab, Bonded and Molded Urethane Foams”.
9. GOOCH, Jan – “Encyclopedic dictionary of Polymers”, Editorial Springer, EEUU, 2007, pág. 769-771.
10. WILEY, John - “Encyclopedia of polymer Science and Technology”, Vol 4: Polyurethanes, 5ta edición, 2010, pág. 26-68.
11. HOCL–PRIESTER–HERRINGTON-WILTZ- “Flexible Polyurethane Foams”, 2008, Capítulo 7: 7.1-18.
12. LACOSTA, J.M - “Características y Ensayos Físicos de Espumas Poliméricas (II)”. Revista de Plásticos Modernos, pág. 421-425.

13. LATINWO, Ganiyu - ARIBIKE, David - "Evaluation and Modelling of the dynamics of filled flexible polyurethane Foam". Nature and Science, 2010, pág.159-167.
14. LATINWO, Ganiyu - ARIBIKE, David "Effects of Calcium Carbonate of Different compositions and particle size distributions on the mechanical properties of flexible polyurethane foam". Nature and Science, 2010, pág.23-32.
15. PALOMARES, Severiano – "Poliuretanos" – Director técnico ejecutivo de Policastilla, S.A.
16. PAUPERIO, Alvaro – "Poliuretano Espumas Flexiveis", Brasil, 2010, (9) Espumas con carga.
17. SABRINA - ARLINDO, D.; MARQUEZ DE ARAUJO, D.; YOSHIDA, M.- "Physico-Chemical Analysis of flexible polyurethane foams containing Comercial Calcium Carbonate". Material Research. N°4, 2008, pág.433-438.
18. USMAN, M – ADEOSUN, S – OSIFESO, G - "Optimum Calcium Carbonate Filler Concentration for Flexible Polyurethane Foam Composite". Journal of Minerals, Materials Characterization, Engeniering, Vol 11, N°3, 2012, pág.311-320.
19. www.venktron.com
20. www.lab-balance.com
21. www.directindustry.com
22. www.ferret.com.au

VI. ANEXOS

6.1 ANEXO A: NORMA INTERNACIONAL ASTM D 3574 – 2011



Designation: D3574 – 11

Standard Test Methods for Flexible Cellular Materials—Slab, Bonded, and Molded Urethane Foams¹

This standard is issued under the fixed designation D3574; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

This standard has been approved for use by agencies of the Department of Defense.

1. Scope*

1.1 These test methods apply to slab, bonded, and molded flexible cellular products known as urethane foams. Urethane foam is generally defined as an expanded cellular product produced by the interaction of active hydrogen compounds, water, and isocyanates.

1.2 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

1.3 The values stated in SI units are to be regarded as standard.

NOTE 1—There is no known ISO equivalent to this standard, however certain test methods in this standard have similar or equivalent ISO standards and are listed in the scope of the individual test method sections.

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:²

D412 Test Methods for Vulcanized Rubber and Thermoplastic Elastomers—Tension

D624 Test Method for Tear Strength of Conventional Vulcanized Rubber and Thermoplastic Elastomers

D737 Test Method for Air Permeability of Textile Fabrics

D3576 Test Method for Cell Size of Rigid Cellular Plastics

D3675 Test Method for Surface Flammability of Flexible Cellular Materials Using a Radiant Heat Energy Source

E162 Test Method for Surface Flammability of Materials Using a Radiant Heat Energy Source

E662 Test Method for Specific Optical Density of Smoke Generated by Solid Materials

¹ These test methods are under the jurisdiction of ASTM Committee D20 on Plastics and are the direct responsibility of Subcommittee D20.22 on Cellular Materials - Plastics and Elastomers.

Current edition approved Dec. 1, 2011. Published January 2012. Originally approved in 1977. Last previous edition approved in 2008 as D3574–08. DOI: 10.1520/D3574-11.

² For referenced ASTM standards, visit the ASTM website, www.astm.org, or contact ASTM Customer Service at service@astm.org. For Annual Book of ASTM Standards volume information, refer to the standard's Document Summary page on the ASTM website.

E691 Practice for Conducting an Interlaboratory Study to Determine the Precision of a Test Method

3. Terminology

3.1 Definitions of Terms Specific to This Standard:

3.1.1 *bonded foam*—a product produced by the adhesion of small pieces of urethane foam to each other with a suitable bonding agent.

3.1.2 *core*—the internal portion of a molded part, free of skin.

3.1.3 *cored foam*—a flexible cellular material containing a multiplicity of holes (usually, but not necessarily, cylindrical in shape), molded or cut into the material in some pattern, normally perpendicular to the foam rise direction, and extending part or all the way through the piece.

3.1.4 *convoluted foam*—a flexible cellular material specially cut into sheets with “egg carton”-like dimples. The dimple peaks and bases can have varied shapes and dimensions.

3.1.5 *flexible cellular product*—a cellular organic polymeric material that will not rupture when a specimen 200 by 25 by 25 mm is bent around a 25-mm diameter mandrel at a uniform rate of one lap in 5 s at a temperature between 18 and 29°C.

3.1.6 *molded foam*—a cellular product having the shape of the enclosed chamber in which it is produced by foaming.

3.1.7 *skin*—the smooth surface layer of a molded foam product, formed by contact with the mold or surfaces.

3.1.8 *slab*—a section of foam that is cut from the internal portion of a large bun.

3.1.9 *urethane foam*—a flexible cellular product produced by the interaction of active hydrogen compounds, water, and isocyanates.

3.1.10 *viscoelastic foam*—a specially formulated urethane foam characterized by having slow recovery, low resilience, and high hysteresis loss.

3.1.11 *cell count*—a measurement used to characterize different types of foams based on the size of the individual cells in the foam matrix, typically expressed as either average cell diameter or as the number of cells per linear distance. For measuring cell counts, see Test Method D3576

*A Summary of Changes section appears at the end of this standard.

3.1.12 *clickability*—the ability of a flexible cellular material to recover from the pinching effects of die cutting.

4. Summary of Test Methods

4.1 Unless specifically stated otherwise between the supplier and the purchaser, all tests shall be made in accordance with the methods specified in Sections 9-133 which include test procedures for the following:

<i>Tests:</i>		Sections
Test A	Density Test	9-15
Test B ₁	Indentation Force Deflection Test—Specified Deflection (IFD)	16-22
Test B ₂	Indentation Residual Gauge Length Test—Specified Force (IRGL)	23-29
Test C	Compression Force Deflection Test	30-36
Test D	Constant Deflection Compression Set Test	37-44
Test E	Tensile Test	45-52
Test F	Tear Resistance Test	53-60
Test G	Air Flow Test	61-67
Test H	Resilience (Ball Rebound) Test	68-75
Test I ₁	Static Force Loss Test at Constant Deflection	77-85
Test I ₂	Dynamic Fatigue Test, Roller Shear	86-94
Test I ₃	Dynamic Fatigue Test, Constant Force Pounding	95-103
Test I ₄	Dynamic Fatigue Test, Carpet Cushion	104-112
Test I ₅	Dynamic Fatigue Test, Constant Deflection Pounding	113-121
Aging Test J	Steam Autoclave Aging	122-127
Aging Test K	Dry Heat Aging	128-133
Aging Test L	Wet Heat Aging	134-139
Test M	Recovery Time	140-145

Appendixes:

- X1. Suggested Method for Specifying Flexible Urethane Foams
- X2. Suggested Method of Construction for a Roller Shear Dynamic Flex Fatigue Apparatus
- X3. Definitions of Terms Used to Describe the Force-Deflection Curve of Flexible Urethane Foam
- X4. Suggested Tests for Determining Combustibility of Flexible Urethane Foam. (The combustion tests are given for informational purposes only and are not part of the standard.)
- X5. Suggested Method for Verification of an Inclined Oil Manometer
- X6. Suggested Method for Measuring Hysteresis Loss of Foams

5. Significance and Use

5.1 The test procedures provide a standard method of obtaining data for research and development, quality control, acceptance and rejection under specifications, and special purposes.

5.2 The data obtained by these test methods are applicable to the material under conditions of the particular test and are not necessarily the same as obtained in other environments in use.

6. General Test Conditions

6.1 Tests shall be conducted under known conditions of temperature and humidity or as specified in the individual test procedure. The product shall be conditioned undeflected, and undistorted at the temperature and humidity of test for at least 12 h before being tested. In cases of dispute, the tests shall be made at a temperature of $23 \pm 2^\circ\text{C}$ and in an atmosphere of $50 \pm 5\%$ relative humidity.

6.2 It is recommended for referee purposes that all tests shall be performed 7 days or more after the foam has been manufactured.

6.3 For mechanical tests, it is advisable to carefully select the proper load cell for each test. It is recommended that the expected load for any individual test falls within 10-90 % of the load cell capacity.

7. Sampling

7.1 When possible, the completed manufactured product shall be used for the test specified. Representative samples of the lot being examined shall be selected at random as required.

7.2 When it is necessary or advisable to obtain specimens from the articles, as in those cases where the entire sample is not required or adaptable for testing, the method of cutting and the exact position from which specimens are to be taken shall be specified. The density and the state of cure can vary in different parts of the finished product, especially if the article is of complicated shape or of varying thickness, and these factors affect the physical properties of the specimens. Also, the density is affected by the number of cut surfaces on the specimen. If a test specimen is die cut, ensure that the sides are not concaved and allow sufficient time for complete recovery of the thickness across the full width of the specimen before testing.

7.3 When the finished molded product does not lend itself to testing or to the taking of specimens because of complicated shape, small size, metal or fabric inserts, adhesion to metal, or other reasons, molded test slabs as agreed upon between the supplier and the purchaser shall be prepared.

7.4 When differences in test results arise due to the difficulty in obtaining suitable specimens from the finished parts, the supplier and the purchaser shall agree upon an acceptable location to take the specimen.

8. Measurement of Test Specimens

8.1 Measure the length and width with a scale, tape, or caliper gauge. Take care not to distort the foam.

8.2 Measure thickness up to and including 25 mm using a height or electronic display gauge with a minimum foot area of 650 mm^2 . Hold the pressure of the gauge foot to a maximum of 800 Pa (see Note 2). Thicknesses over 25 mm shall be measured with a height or electronic display gauge, a sliding caliper gauge, or as specified in 8.1. When a sliding caliper gauge is employed, make the gauge setting with the gauge out of contact with the foam. Pass the specimen through the previously set gauge; the proper setting shall be the one when the measuring faces of the gauge contact the surfaces of the specimen without compressing it.

NOTE 2—For soft foams having compression force deflection values less than 1.65 kPa, the pressure on the gauge or compression foot shall not exceed 200 Pa.

8.3 The scale, tape, or gauge shall be graduated so as to permit measurements within $\pm 1\%$ of the dimensions to be measured.

8.4 Unless otherwise specified, results shall be the mean of the measurements.

TEST A—DENSITY TEST

9. Scope

9.1 This test method covers determination of the density of uncured foam by calculation from the mass and volume of the specimen. The density value thus obtained applies only to the immediate area from which the specimen has been taken. It does not necessarily relate to the bulk density of the entire molded pad.

NOTE 3—This standard is equivalent to ISO 845.

10. Test Specimen

10.1 *Core Density*—A representative specimen of regular shape, circular or square without skins or densification lines, not less than 1000 mm³ in volume, shall be cut from a portion free of voids and defects and as near as possible to the section from which the tension and tear specimens were taken.

10.2 *Section Density*—A representative specimen with skins on the top and bottom surface measuring at least 0.1 m² in area by full-part thickness shall be cut from an area free of voids and defects and as near as possible to the location from which the tension and tear specimens were taken. When these dimensions are not possible, the largest representative portion as agreed upon between the supplier and the purchaser shall be used.

11. Number of Specimens

11.1 One specimen shall be tested, unless otherwise agreed upon by the supplier and the purchaser.

12. Procedure

12.1 Determine the mass of the specimen within 1 %.

12.2 Determine the dimensions of the specimen in accordance with Section 8, and calculate the volume.

13. Calculation

13.1 Calculate the density in kilograms per cubic metre as follows:

$$\text{Density} = M/V \times 10^6 \quad (1)$$

where:

M = mass of specimen, g, and

V = volume of specimen, mm³.

14. Report

14.1 Report the following information:

14.1.1 Density to the nearest 0.1 kg/m³, and

14.1.2 Type of specimen, core or section.

15. Precision and Bias

15.1 See Section 146 for Precision and Bias statements.

TEST B₁ —INDENTATION FORCE DEFLECTION TEST—SPECIFIED DEFLECTION (IFD)

16. Scope

16.1 This will be known as the indentation force deflection test and the results as the IFD values. This test consists of measuring the force necessary to produce designated indenta-

tions in the foam product, for example, 25 and 65 % deflections. (See Appendix X3 for additional information).

NOTE 4—This standard and ISO 2439 address the same subject matter, but differ in technical content and results cannot be directly compared between the two methods.

17. Apparatus

17.1 An apparatus having a flat circular indenter foot 200 +3/−0 mm in diameter connected by means of a swivel joint capable of accommodating the angle of the sample to a force-measuring device and mounted in such a manner that the product or specimen can be deflected at a speed of 50 to 250 mm/min. The apparatus shall be arranged to support the specimen on a level horizontal plate which is perforated with approximately 6.5-mm holes on approximately 20-mm centers to allow for rapid escape of air during the test. Special support for contoured molded pads shall be perforated in the same manner as the flat plate unless agreed upon between the supplier and the purchaser. Pads longer than the base plate shall be supported from distortion at the 4.5-N contact force.

NOTE 5—Equipment design and test fixturing can affect the results of this test. As an example, load cells placed below the support plate can experience a bridging effect that likely does not occur in equipment which has the load cell mounted above the indenter foot.

18. Test Specimen

18.1 The test specimen shall consist of the entire product sample or a suitable portion of it, except that in no case shall the specimen have dimensions less than 380 by 380 by 100 mm. Specimens less or different than 100 mm in thickness shall have the thickness noted on the test report.

18.2 The IFD values for molded products are dependent on the specimen dimensions. Higher values are generally obtained for specimens that retain all molded surfaces.

19. Number of Specimens

19.1 One specimen shall be tested, unless otherwise agreed upon by the supplier and the purchaser.

20. Procedure

20.1 Place the test specimen in position on the supporting plate of the apparatus. If the product has one side cored or honeycombed, this face shall rest on the perforated plate. The specimen position shall be such that whenever, practicable the indentation will be made at the center of all articles, except where another location is agreed upon by the supplier and the purchaser.

20.2 Preflex the area to be tested by twice lowering and raising the indenter foot to a total deflection of 75 to 80 % of the full-part thickness at a rate of 250 ± 25 mm/min, allowing the indenter to fully clear the top of the specimen after each preflex. In case repeat testing might be necessary or for fatigue tests, mark the location of the test area with a pen by circumscribing the indenter foot. Allow the specimen to rest for 6 ± 1 min after the final preflex.

20.3 Bring the indenter foot into contact with the specimen at 50 ± 5 mm/min and determine the thickness while applying a contact force of 4.5 N to the indenter foot. For super-soft foam, with a 25 % IFD less than 40 N, a reduction of pressure

on the indenter foot shall be allowed. Sufficient contact force to make an accurate initial thickness measurement is required. Indent the specimen at 50 ± 5 mm/min by 25 % of this thickness and observe the force in Newtons after 60 ± 3 s. Without removing the specimen, increase the deflection to 65 % deflection, allowing the force to drift while maintaining the 65 % deflection, and again observe the force in Newtons after 60 ± 3 s.

21. Report

21.1 Report the force in Newtons required for 25 and 65 % indentation or other indentations (Note 6). These figures are known as the 25 % and 65 % IFD values, respectively. Report length, width, and thickness of the specimen, if non-standard, and the ratio (support factor Appendix X3) of 65 % to 25 % IFD values.

NOTE 6—Indentation deflection tests, other than 25 and 65 %, as well as a 25 % return value (25 % RT), may be specified as agreed upon between the supplier and the purchaser. Alternative or additional deflections shall be performed as described in 20.3.

22. Precision and Bias

22.1 See Section 146 for Precision and Bias statements.

TEST B₂ —INDENTATION RESIDUAL GAUGE LENGTH TEST—SPECIFIED FORCE (IRGL)

23. Scope

23.1 Cellular foam products have been traditionally checked for indentation force deflection by determining the force required to effect a 25 % deflection. In seating, on the other hand, the interest is in determining how thick the padding is under the average person. Two measurements are called for to meet the requirements of this test method. The force deflection is determined by measuring the thickness of the pad under a fixed force of 4.5 N, 110 N, and 220 N, with a $200 +3/-0$ mm circular indenter foot.

23.2 This determination shall be known as the Indentation Residual Gauge Length and the measurements as the IRGL values.

NOTE 7—This standard and ISO 2439 address the same subject matter, but differ in technical content; and results cannot be directly compared between the two methods.

24. Apparatus

24.1 An apparatus having a flat circular indenter foot $200 +3/-0$ mm in diameter, connected with a swivel joint for applying forces of 4.5 N, 110 N, 220 N and 330 N, shall be mounted over a level horizontal platform that is perforated with approximately 6.5-mm holes on approximately 20-mm centers to allow for rapid escape of air during the test. The distance between the indenter foot and the platform shall be variable to indent the specimen at a speed of 50 to 250 mm/min for thickness measurements. The apparatus shall be equipped with a device for measuring the distance between plates.

24.2 Special support for contoured molded pads shall be perforated and agreed upon between the supplier and the purchaser. Pads longer than the base plate shall be supported from distortion at the 4.5-N contact force.

25. Test Specimen

25.1 When possible the completed manufactured product shall be used. In the case of tapered cushions, the location of the area for measurement is to be agreed upon between the supplier and the purchaser. In the case a finished part is not feasible for test, 380 by 380-mm specimens of an average thickness are to be cut from the cushion.

25.2 The IRGL values for molded products are dependent on the specimen dimensions. Different values are generally obtained for specimens that retain all molded surfaces.

26. Number of Specimens

26.1 One specimen shall be tested, unless otherwise agreed upon by the supplier and the purchaser.

27. Procedure

27.1 Test the whole test specimen or a minimum area of 380 by 380 mm. Preflex the specimen twice with a 330 N force, raising and lowering the indenter foot at 200 ± 20 mm/min, allowing the indenter foot to fully clear the top of the specimen after each preflex. Allow the specimen to rest for 6 ± 1 min after the final preflex. Position the specimen in the test apparatus with any cored or convoluted surfaces resting against the perforated bottom plate.

27.2 Bring the indenter foot into contact and determine the thickness of the specimen, in mm, with the 4.5-N load on the indenter foot at 50 ± 5 mm/min.

27.3 Apply the 110-N force at 50 ± 5 mm/min with the indenter foot until the force is carried by the specimen. Determine the thickness, in mm, at 110 N after maintaining the force for 60 ± 3 s.

27.4 Without removing the specimen, apply the 220-N force at 50 ± 5 mm/min with the indenter foot until the force is carried by the specimen. Determine the thickness, in mm, at 220 N after maintaining the force for 60 ± 3 s.

28. Report

28.1 Report the specimen thicknesses, in mm, at 4.5 N instantaneously and at 110 N and 220 N after 60 ± 3 s. These figures are known as the IRGL values, respectively. Report the length, width, and thickness of the specimen.

29. Precision and Bias

29.1 See Section 146 for Precision and Bias statements.

TEST C—COMPRESSION FORCE DEFLECTION TEST

30. Scope

30.1 This test consists of measuring the force necessary to produce a 50 % compression over the entire top area of the foam specimen.

NOTE 8—This standard and ISO 3386 address the same subject matter, but differ in technical content; and results cannot be directly compared between the two methods.

NOTE 9—Compression deflection tests other than at 50 % may be specified as agreed upon between the supplier and the purchaser following the procedure in Section 34.

31. Apparatus

31.1 An apparatus having a flat compression foot, larger than the specimen to be tested, connected to a force-measuring device and mounted in a manner such that the product or specimen can be deflected at a speed of 50 to 500 mm/min. The apparatus shall be arranged to support the specimen on a level horizontal plate that is perforated with approximately 6.5-mm holes on approximately 20-mm centers to allow for rapid escape of air during the test.

32. Test Specimens

32.1 The test specimens shall have parallel top and bottom surfaces and vertical sides. The thickness shall be no greater than 75 % of the minimum top dimension. The standard specimen shall be 50 mm by 50 mm by 25 mm in thickness. Larger specimens are preferable, where possible.

32.2 Specimens shall be a minimum of 2500 mm² in area and have a minimum thickness of 20 mm.

32.3 Unless otherwise agreed upon by contractual parties, specimens from molded parts shall be cut from the core material at least 10 mm below the molded surface. Note in the report if the specimens have one or more molded surfaces resulting from insufficient core material or contractual agreement.

33. Number of Specimens

33.1 Three specimens per sample shall be tested. The value reported shall be the mean value of those observed.

34. Procedure

34.1 Preflex the specimen twice, 75 to 80 % of its original thickness raising and lowering the compression foot at 250 ± 25 mm/min, allowing the compression foot to fully clear the specimen after each preflex. Then allow the specimen to rest for a period of 6 ± 1 min after the final preflex.

34.2 Place the specimen centered in the line of the axial load on the supporting plate of the apparatus. If the product has one side cored or convoluted, rest this face on the perforated plates.

34.3 Bring the compression foot into contact with the specimen and determine the thickness after applying a contact load of 140 Pa to the specimen area (Note 2). Compress the specimen 50 % of this thickness at 50 ± 5 mm/min and determine the final force, in N, after 60 ± 3 s. (See Note 8.)

$$\text{Compression Force Deflection, kPa} = \frac{\text{Force, in N}}{\times 10^3 \text{ specimen area, in mm}^2}$$

35. Report

35.1 Report the thickness after contact force, the 50 % compression deflection value in kilopascals, and the dimensions of non-standard specimens. Indicate if the sample was cored or convoluted. Report any molded surfaces that were on the specimens.

36. Precision and Bias

36.1 See Section 146 for Precision and Bias statements.

TEST D—CONSTANT DEFLECTION COMPRESSION SET TEST

37. Scope

37.1 This test method consists of deflecting the foam specimen to a specified deflection, exposing it to specified conditions of time and temperature and measuring the change in the thickness of the specimen after a specified recovery period.

NOTE 10—This standard and ISO 1856 address the same subject matter, but differ in technical content and results cannot be directly compared between the two methods.

38. Apparatus

38.1 *Compression Device*, consisting of two or more flat plates arranged so the plates are held parallel to each other by bolts or clamps and the space between the plates is adjustable to the required deflection thickness by means of spacers. The plates shall have sufficient stiffness to ensure that they are not deflected under the force necessary to compress all of the specimens.

38.2 Mechanically convected air oven capable of maintaining the conditions of 70 ± 2°C and 6 % maximum relative humidity.

NOTE 11—This condition of relative humidity can be achieved by placing an oven at 70 ± 2°C in an atmosphere maintained at 23 ± 2°C and 50 ± 5 % relative humidity.

39. Test Specimens

39.1 The test specimens shall have parallel top and bottom surfaces and essentially perpendicular sides. It is recommended that the specimens be cut with a band knife or band saw. Die cut specimens have a greater tendency to exhibit edge sticking (pillowing) after being removed from the compression device. Specimens shall be cut at least 13 mm from any edge that has been exposed to the light (see Note 13).

39.2 Specimens shall be 50 by 50 by 25 mm unless otherwise specified. Specimens less than 25 mm in thickness shall be plied up, without the use of cement, to a 25-mm thickness.

39.3 Specimens from cored foams shall have a minimum top surface area of 100 cm². The thickness shall be no greater than 75 % of the minimum top dimension.

39.4 Specimens from uncured molded products 25 mm or less in thickness shall be 50 by 50 mm by full-part thickness and shall contain the top and bottom skin.

39.5 Specimens greater than 50 mm in thickness shall be cut to 25 mm thickness from the core. (see Note 12)

NOTE 12—Specimens from molded products may be tested with one or both skins by agreement between the purchaser and the supplier.

NOTE 13—Care should be taken to minimize the exposure of compression set specimens to visible light. Studies have shown that light can have a deleterious effect on compression sets.³ If the specimens are not to be

³ Blair, G.R., Dawe, B., McEvoy, J., Pask, R., Rusan de Priamus, M., Wright, C. "The Effect of Visible Light on the Variability of Flexible Foam Compression Sets" Center for the Polyurethanes Industry of the American Chemistry Council 2007 Conference Proceedings.

tested within 24 hours of being cut from the part or block, they should be covered or be placed in an opaque container or bag.

40. Number of Specimens

40.1 Three specimens per sample shall be tested. The value reported shall be the mean of those observed.

41. Procedure

41.1 Perform the entire test procedure under the following conditions: Conduct all measurements, conditioning, and recovery of the specimen at $23 \pm 2^\circ\text{C}$ and in an atmosphere of $50 \pm 5\%$ relative humidity.

41.2 Measure the original thickness of the test specimen in accordance with the procedure described in Section 8.

41.3 Place the test specimen in the apparatus and deflect it to 50 ± 1 , 75 ± 1 , or $90 \pm 1\%$ of its thickness, or any other deflection agreed upon between the supplier and the purchaser. Space the specimens in the compression device in such a manner that there is at least 6 mm of separation between specimens in all directions.

41.4 Within 15 min, place the deflected specimen and the apparatus in the mechanically convected air oven for a period of 22 h, and then remove the apparatus.

41.5 Remove the specimen immediately from the apparatus and measure the final thickness in accordance with the procedure described in Section 8 after allowing it to recover 30 to 40 min at the temperature and humidity conditions specified in 41.1.

NOTE 14—Recovery periods greater than 30 to 40 min may be agreed upon by the supplier and the purchaser.

42. Calculation

42.1 Calculate the compression set value by one of the following formulas:

NOTE 15—The C_i calculation is preferred and shall be the calculation used when neither C_i nor C_d are specified.

42.1.1 Calculate the constant deflection compression set, expressed as a percentage of the original thickness, as follows:

$$C_i = [(t_o - t_f)/t_o] \times 100 \quad (2)$$

where:

C_i = compression set expressed as a percentage of the original thickness,

t_o = original thickness of test specimen, and

t_f = final thickness of test specimen.

42.1.2 Calculate the constant deflection compression set, expressed as a percentage of the original deflection, as follows:

$$C_d = [(t_o - t_f)/(t_o - t_s)] \times 100 \quad (3)$$

where:

C_d = compression set expressed as a percent of the original deflection,

t_o = original thickness of test specimen,

t_s = thickness of spacer bar used, and

t_f = final thickness of test specimen.

NOTE 16—Approximate conversion of C_i to C_d can be calculated by multiplying the 50% C_i by 2, the 75% C_i by 1.33, and the 90% C_i by 1.11.

43. Report

43.1 Report compression set as C_i or C_d , and deflection used. Also report any non-standard recovery periods or sample sizes and whether the sample was cored, uncored and/or molded.

44. Precision and Bias

44.1 See Section 146 for Precision and Bias statements.

TEST E—TENSILE TEST

45. Scope

45.1 This test method determines the effect of the application of a tensile force to foam. Measurements are made for tensile stress, tensile strength, and ultimate elongation.

NOTE 17—This standard and ISO 1798 address the same subject matter, but differ in technical content and results cannot be directly compared between the two methods.

46. Apparatus

46.1 *Specimens*—The specimen for tensile tests shall be stamped out with a die of the shape and dimensions shown in Fig. 1, or Die A of Test Methods D412. The die shall be sharp and free of nicks in order to prevent leaving ragged edges on the specimen. The D412 Die is the preferred die and is identical in dimensions to the ISO 1798 Die.

46.2 *Bench Marker*—The marker shall have two parallel marking edges 1 to 3 mm in thickness and spaced 20 or 25 mm apart on centers.

46.3 *Measurements*—The dimensions of the test specimen shall be determined with a suitable gauge in accordance with Section 8.

46.4 *Machine*—Tensile tests shall be made on a power-driven machine complying with the following requirements:

46.4.1 The machine shall be equipped with a load cell or force measuring device that can measure the maximum applied force. The test speed shall be 500 ± 50 mm/min, and shall be uniform at all times.

46.4.2 Elongation shall be determined by either the machine being equipped with a device graduated to 2.5 mm for measuring the elongation, by the use of non-contact extensometers, or by crosshead travel (also referred to as grip separation). Extensometers that clip on to the specimen generally are unsuitable for flexible foam. For testing dumbbell specimens, the machine shall have either screw-type flat plate grips or a type of grip that tightens automatically and exerts a uniform

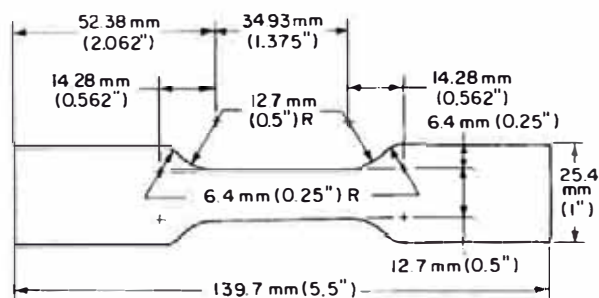


FIG. 1 Die for Stamping Tension Specimens

pressure across the gripping surfaces, increasing as the tension increases to prevent slipping.

47. Test Specimens

47.1 The test specimens shall be cut from flat sheet material 12.5 ± 1.5 mm thick. The foam rise shall be in the thickness direction, unless otherwise agreed upon by customer and supplier. The top and bottom surfaces shall be parallel and free of skin. The cut edges shall be perpendicular to the top surface and be free of ragged edges. The length of the tabs can be adjusted to fit machine conditions provided that all other requirements remain constant.

48. Number of Specimens

48.1 Three specimens per sample shall be tested. The value reported shall be the mean value of those observed.

49. Procedure

49.1 Set the grip separation at a minimum of 62.5 mm for the D3574 Die and at a minimum of 75 mm for the D412 Die A. Place the dumbbell tabs in the grips of the testing machine, using care to adjust them symmetrically, in order that the tension will be distributed uniformly over the cross section. The test shall be run at a speed of 500 ± 50 mm/min, unless otherwise specified by agreement between customer and supplier. Start the machine and note continuously the distance between the two bench marks. Record the stress at the corresponding elongation or if an automatic recording device is used, it will record the data continuously. At rupture, measure or record elongation to the nearest 10 %.

50. Calculation

50.1 Calculate the tensile strength by dividing the maximum breaking force by the original cross-sectional area of the specimen.

50.2 Calculate the stress by dividing the force at a predetermined elongation by the original cross-sectional area of the specimen.

50.3 Calculate the ultimate elongation, *A*, by subtracting the original distance between the bench marks from the total distance between the bench marks at the time of rupture and expressing the difference as a percentage of the original distance, as follows, or use the grip separations in a similar calculation.

$$A, \% = [(d_f - d_o)/d_o] \times 100 \tag{4}$$

where:

- d_o = original distance between bench marks, and
- d_f = distance between bench marks at the break point.

50.4 The value reported shall be the mean value of all specimens tested.

51. Report

51.1 Report the following information:

- 51.1.1 Tensile strength in kilopascals,
- 51.1.2 Stress in kilopascals at a predetermined elongation, and
- 51.1.3 Ultimate elongation, in percent, and whether bench marks, grip separation or extensometers were used to measure elongation.

51.1.4 Crosshead speed, if other than 500 mm/min.

52. Precision and Bias

52.1 See Section 146 for Precision and Bias statements.

TEST F—TEAR RESISTANCE TEST

53. Scope

53.1 This test method covers determination of the tear propagation resistance of foam. The block method, as described, measures the tear resistance under the conditions of this particular test.

NOTE 18—This standard and ISO 8067 address the same subject matter, but differ in technical content and results cannot be directly compared between the two methods.

54. Apparatus

54.1 Tear resistance shall be measured on a power-driven apparatus which will indicate the maximum force, by mechanical or electronic means, at which rupture of the specimen takes place.

55. Test Specimens

55.1 The test specimens shall be a block shape free of skin, voids, and densification lines, as shown in Fig. 2. They shall be cut on a saw from sheet material ensuring that the sides are parallel and perpendicular to each other. A nominal 40-mm cut shall be placed in one side as shown in Fig. 2. Dimension *A-B* can be reduced to the pad thickness. The thickness shall be determined in accordance with Section 8.

56. Number of Specimens

56.1 Three specimens per sample shall be tested. The values reported shall be the mean of those tested.

57. Procedure

57.1 Clamp the test specimen in the jaws of the testing machine, taking care that the jaws grip the specimen properly. Spread the block so that each tab is held in the jaw to pull across the specimen. The test shall be run at a speed of 500 ± 50 mm/min, unless otherwise specified by agreement between purchaser and supplier. Aid the cut in the specimen with a razor blade or knife, so as to keep it in the center of the block (Note 19). After the rupture of the specimen, or after at least a 50-mm length is torn, record the maximum force in Newtons and note also the thickness of the specimen (direction *A-B*).

NOTE 19—For foams that will not tear by this method, side by side tear strength comparisons can be made by testing in accordance with Test

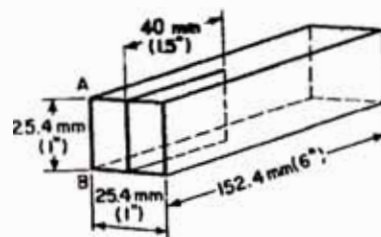


FIG. 2 Tear Resistance Test Specimens

Method **D624**. It shall be noted that the **D624** test is a tear initiating measurement, as opposed to a tear propagating measurement in this block tear test.

58. Calculation

58.1 Calculate the tear strength from the maximum force registered on the testing machine and the average thickness of the specimen (direction *A-B*), as follows:

$$\text{Tear strength, N/m} = F/T \times 10^3 \quad (5)$$

where:

F = force, N, and

T = thickness, mm.

59. Report

59.1 Report the following information:

59.1.1 Tear strength in Newtons per metre,

59.1.2 Orientation of specimen, and

59.1.3 Crosshead speed, if other than 500 mm/min.

60. Precision and Bias

60.1 See Section **146** for Precision and Bias statements.

TEST G—AIR FLOW TEST

61. Scope

61.1 The air flow test measures the ease with which air passes through a cellular structure. Air flow values can be used as an indirect measurement of certain cell structure characteristics. The test consists of placing a flexible foam core specimen in a cavity over a chamber and creating a specified constant air-pressure differential. The rate of flow of air required to maintain this pressure differential is the air flow value. This test is normally for slab foam products or for the core materials of molded products. Measurements of air flow through molded skins or extremely high air flow products can require alternative methods (see **Note 21**).

NOTE 20—This standard is identical to ISO 7231.

NOTE 21—For measuring air flow of products, such as very tight viscoelastic foams or very high air flow foams, which can have air flows beyond the range of this method, very good success has been achieved using the equipment specified in Test Method **D737**. Direct correlations between Test Method **D737** and this method have been established, although some modification of the **D737** equipment can be necessary.⁴ Test Method **D3574** air flow times 36 will give an approximate value for Test Method **D737** air flow.

62. Terminology

62.1 *Definitions of Terms Specific to This Standard:*

62.1.1 *air flow value*—the volume of air per second at standard temperature and atmospheric pressure required to maintain a constant pressure differential of 125 Pa across a flexible foam specimen approximately 50 by 50 by 25 mm.

62.1.2 *air flow parallel to foam rise*—the air flow value obtained when the air enters and leaves the mounted specimen parallel to foam rise.

⁴ Gummaraju, R.V., Pask, R.F., Koller, H.J., Wujcik, S.E., and Reimann, K.A., "Evaluation, Modification and Adaptation of an Airflow Test Method for Polyurethane Foams," *Journal of Cellular Plastics*, May/June 2001.

63. Apparatus

63.1 A schematic drawing of the apparatus, including the specimen mounting chamber, manometer, air flowmeters, blowmeters, blower, and voltage control, is shown in **Fig. 3**.

63.2 *Chamber*, consisting of a pot approximately 130 mm in diameter and 150 mm high, with provision for mounting the foam specimen and fittings for the manometer and air exhaust. The specimen mount cavity shall be 50.0 ± 0.5 by 50.0 ± 0.5 by 25.0 ± 0.5 mm in size. Four foam support vanes approximately 1 mm thick and 12.5 mm high shall be placed under the opening to prevent the foam from being pulled into the vacuum chamber. The vanes shall be spaced 12.5 mm on center from each other and also centered relative to the bottom of the cavity opening. The manometer fitting shall enter a 1-mm hole midway along the side of the chamber. A 25-mm pipe fitting shall be used as the exhaust outlet from the center of the bottom of the chamber.

63.3 *Manometer*, calibrated from 0 to 250 Pa and having an accuracy of $\pm 2\%$, is required. An inclined oil manometer with graduations of 2 Pa is recommended. A level mounted on the manometer shall be used to ensure that the proper degree of inclination from the horizontal is maintained. Traps shall be provided to prevent indicating fluid from being accidentally drawn into the chamber. **Appendix X5** describes a suggested method for the verification of the inclined oil manometer. The manometer can alternatively be replaced with a 0-250 Pa magnehelic gauge with graduations of 5 Pa.

63.4 *Flowmeters and Blower*—Low-pressure-drop air flowmeters accurate to $\pm 2\%$ shall be used for air-flow measurements. A given flowmeter shall not be used for values less than 10% of full scale. Air flowmeters with at least 250-mm scales are recommended. Since the flowmeter calibration is temperature- and pressure-dependent, the use of the apparatus under ambient conditions can result in erroneous readings. In cases of dispute, the apparatus shall be used under standard conditions of 23°C and 100 kPa (1 atm pressure) or else a suitable calibration correction applied. Flowmeters that range from 0 to 0.01 m³/s will cover a wide range of foam cell structures, but a lesser range can be used. Actual flow is adjusted by a combination of valve restriction and blower speed. The two-way valves shall be mounted on the output side of the flow meter to maintain the pressure drop across the flow meter constant at any given flow level. A vacuum cleaner type unit shall be used for an exhaust blower.

63.5 *Leak Test*—To check the apparatus for leaks, the specimen mount cavity shall be sealed with masking tape. With all valves closed, turn on the exhaust blower to approximately 1/3 power and observe any movement of the manometer. The manometer reading, if any, shall not exceed 1 Pa after a 30-s waiting period. Next, open the valve very slightly for the lowest range flow meter reading. The flow shall be essentially zero, as evidenced by less than 3-mm movement of the air flow meter float from its static position. For the equipment to perform satisfactorily over its entire range, the requirements for both parts of the leak test must be met.

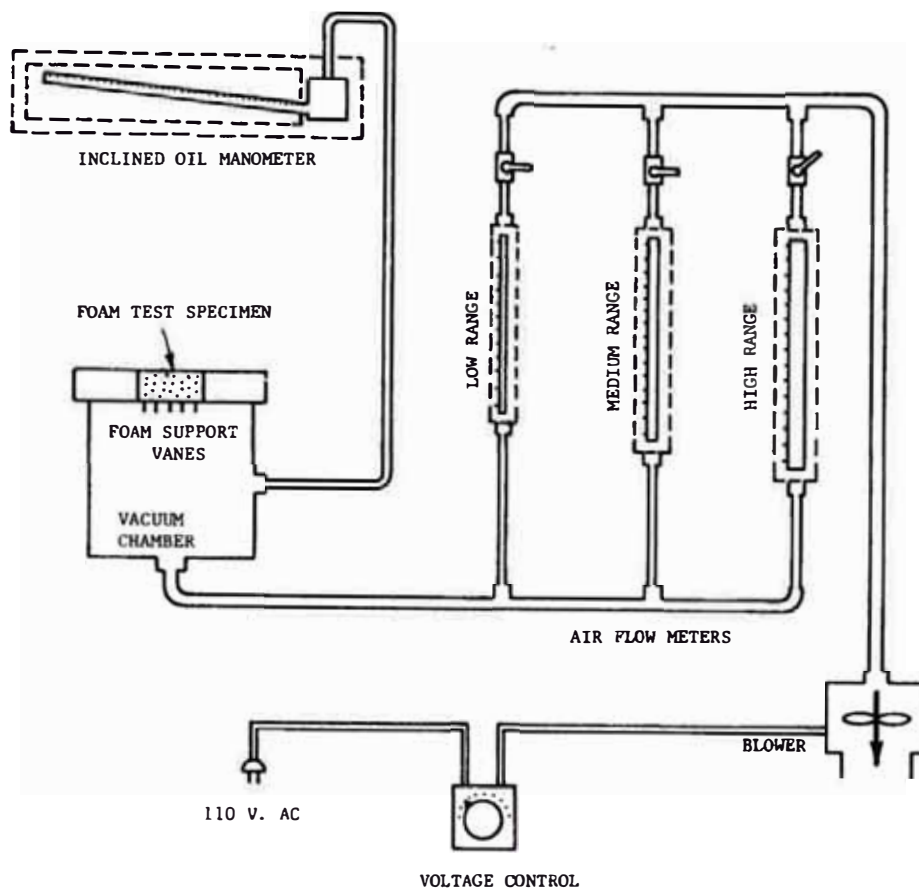


FIG. 3 Air Flow Apparatus Schematic Diagram

64. Test Specimens

64.1 The test specimens shall be parallel-piped cut to fit the mount cavity of the apparatus. A cavity 50 by 50 mm requires a specimen 51.0 ± 0.3 by 51.0 ± 0.3 by 25.0 ± 0.5 mm in size. A band saw with a movable table and a double-bevel knife-edge blade is recommended for cutting the specimens.

64.2 Three specimens per sample shall be cut parallel to the foam rise. See 62.1.2. The values reported shall be the mean of those observed for each location and orientation.

65. Procedure

65.1 Measure each specimen in accordance with the procedure described in Section 8 to verify the specimen size.

65.2 Insert the specimen into the test cavity. Make sure that a good air seal is obtained along all edges. The top of the specimen shall be flush with the top of the test chamber.

65.3 With all valves closed, adjust the voltage control of the apparatus to 30 %.

65.4 Open one flow-control valve slowly until a pressure differential of 100 to 150 Pa is obtained. Adjust the voltage control carefully to obtain a pressure differential of 125 ± 1 Pa.

65.5 After this pressure differential has been maintained for at least 10 s, read the scale of the flow meter.

65.6 If this reading is off-scale or less than 10 % of full scale, close that flow-control valve and open a more appropriate one. Repeat this process until the proper manometer reading and air flow is achieved.

65.7 The air flow value can be obtained from the flow meter scale directly, estimated from a calibration chart, or calculated with a factor depending on the calibration system.

66. Report

66.1 Report the following information:

- 66.1.1 Mean air flow value in cubic metres per min for each location and orientation,
- 66.1.2 Dimensions of the specimen, and
- 66.1.3 Dimension of the mount cavity of the apparatus.

67. Precision and Bias

67.1 See Section 146 for Precision and Bias statements.

TEST H—RESILIENCE (BALL REBOUND) TEST

68. Scope

68.1 This test consists of dropping a steel ball on a foam specimen and noting the height of rebound.

NOTE 22—This standard is identical to ISO 8307.

69. Apparatus

69.1 The ball rebound tester shall consist of a 40 ± 4 -mm inside diameter vertical clear plastic tube, such as acrylic, into which a 16.03 ± 0.2 -mm diameter steel ball is released by a magnet or other device. The steel ball must be released so that it falls without rotation. Centering of the ball is assured by a

recess at the base of the magnet. The height of drop shall be 500 mm. Since it is most convenient to note the position of the top of the ball on rebound, the top of the ball shall be 516 mm above the surface of the foam. Thus, “zero” rebound shall be 16.3 ± 0.2 mm (diameter of ball) above the specimen surface. The scale on the tube shall be scribed directly in percent as follows. Every 5 %, a complete circle shall be scribed and every 1 %, a 120° arc shall be scribed. The complete circles are an essential part of the apparatus, since they are used to eliminate parallax error.

70. Test Specimens

70.1 The test specimens shall have parallel top and bottom surfaces.

70.2 The test specimens shall consist of the entire product sample or a suitable portion of it, except that in no case shall the thickness be less than 30 mm. The standard specimen size shall be 100 mm by 100 mm by 50 mm. For molded products, the top skin shall be removed.

71. Number of Specimens

71.1 Three specimens per sample shall be tested. The three specimens can be obtained by using separate items or different locations on a given item.

72. Procedure

72.1 Center the specimen at the base of the tube and adjust the height of the tube so that zero rebound is 16 mm above the surface of the foam specimen.

72.2 Mount the steel ball on the release mechanism, then drop it and note the maximum rebound height. If the ball strikes the tube on the drop or rebound, the value obtained is invalid. This condition is usually due to the tube not being vertical or irregularities on the specimen surface. In order to minimize parallax error, the circles on the tube in the region where the percent rebound is read must appear as lines.

72.3 Make an additional two drops on the same specimen in the same location unless agreed upon by purchaser and supplier.

73. Calculation

73.1 Calculate the mean of the three rebound values.

74. Report

74.1 Report the mean of the three specimen mean values as the ball rebound resilience value of the sample in percent.

74.2 Report if measurements were made at different specimen locations or on different specimens.

75. Precision and Bias

75.1 See Section 146 for Precision and Bias statements.

TEST I—DURABILITY TESTS

76. Scope

76.1 The durability tests consist of five methods:

76.1.1 Static Force Loss Test at Constant Deflection,

76.1.2 Dynamic Fatigue by Roller Shear at Constant Force,

76.1.3 Dynamic Fatigue Test by Constant Force Pounding,

76.1.4 Dynamic Fatigue Test for Carpet Cushion, and
76.1.5 Dynamic Fatigue Test by Constant Deflection Pounding.

TEST I₁—STATIC FORCE LOSS TEST AT CONSTANT DEFLECTION

77. Scope

77.1 The purpose of this static force loss test is to determine: (1) a loss of IFD, (2) a loss of thickness, and (3) structural breakdown by visual examination.

77.2 This procedure tests the specimen at a 75 % constant deflection.

NOTE: 23—There is no known ISO equivalent to this standard.

78. Apparatus

78.1 The apparatus shall consist of two parallel plates (wood or metal) which can produce a uniform, constant deflection of the specimen. The plates shall be 500 by 500 mm square, and spacer bars or other appropriate means shall be employed to maintain a constant 75 % deflection throughout the test.

79. Test Specimen

79.1 The test specimen shall be 380 by 380 mm by the desired thickness. One specimen shall be tested.

80. Initial Measurements

80.1 Measure the 25 and 65 % IFD of the test specimen in accordance with Sections 16 to 22. Measure the original thickness with 4.5-N contact force after preflexing.

81. Procedure

81.1 Place the specimen between the plates with the spacer bars to provide a 75 % deflection. Clamp the plates and hold at 75 % deflection for 22 h at $23 \pm 2^\circ\text{C}$ and 50 ± 5 % relative humidity.

82. Final Measurements

82.1 Measure the final IFD values 60 \pm 5 min after the fatigue test is completed in accordance with 80.1 using the original thickness to determine the deflection for the final IFD values.

82.2 If the loss in thickness is above 10 %, the IFD losses shall not be measured and only the thickness loss shall be reported.

82.3 For a measurement of more permanent fatigue, repeat 82.1, except allow 24 ± 1 h of recovery time rather than 60 ± 5 min.

83. Calculation and Inspection

83.1 Check the specimen for physical breakdown of the cellular structure by visual examination and comparison with unflexed specimens.

83.2 Calculate the percentage loss of thickness as follows:

$$F_t = \frac{(t_o - t_f)}{(t_o)} \times 100 \quad (6)$$

6.2 ANEXO B: FICHA TÉCNICA DEL POLIOL CONVENCIONAL



ARCOL® F-3040

Product Information

Polyether Polyol

Product Code: KLF3040

Description

Arcol F-3040 polyol is a 3,000-molecular weight triol used in the production of one-shot flexible urethane slabstock foams. The full range of flexible foams from extra soft to extra firm, with varying densities, can be made with Arcol F-3040 polyol. As with any product, use of the Arcol F-3040 polyol in a given application must be tested (including but not limited to field testing) in advance by the user to determine suitability.

Product Specifications

Property	Value
Hydroxyl Number	54.5–57.5 mg KOH/g
Water, (max), Wt. %	0.05%
Acid Number (max)	0.02 mg KOH/g
Color, APHA (max)	50

Typical Properties*

Property	Value
Appearance	Clear, viscous liquid
Viscosity at 25°C	580 cps
Specific Gravity at 25°C	1.02
Flash Point, PMCC	>235°C
Bulk Density at 25°C	8.6 lb/gal

Storage

Arcol F-3040 polyol is slightly hygroscopic and may absorb water. Containers should be kept tightly closed and protected from contamination with moisture and foreign materials, which can adversely affect processing.

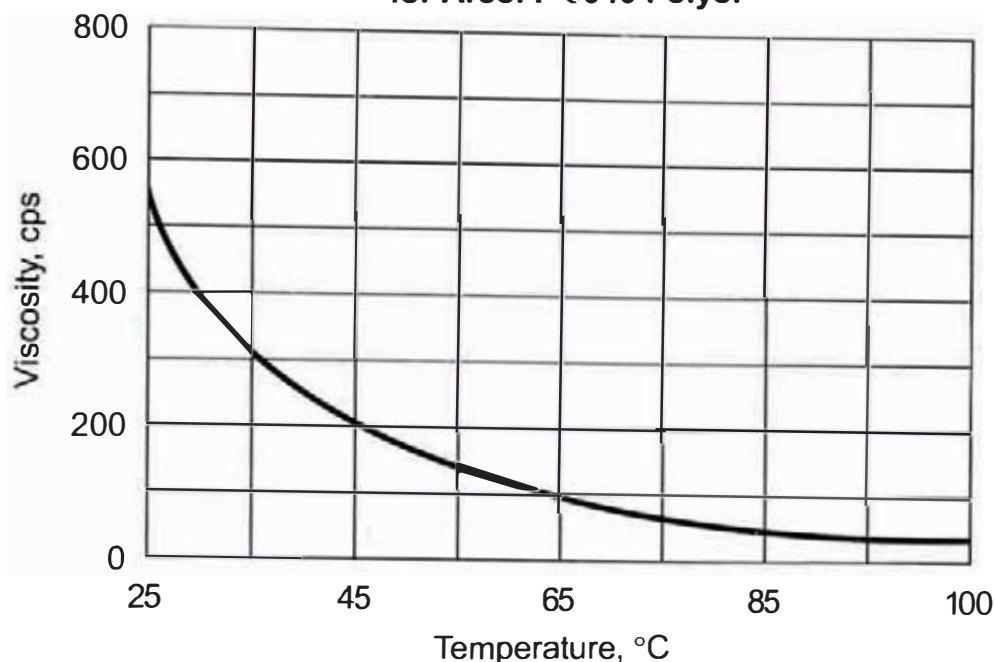
This polyol can become quite viscous at low temperatures. For ease of handling, storage temperatures between 20°C (68°F) and 60°C (140°F) are recommended.

Health and Safety Information

Appropriate literature has been assembled which provides information concerning the health and safety precautions that must be observed when handling the Arcol F-3040 polyol. Before working with this product, you must read and become familiar with the available information on its hazards, proper use, and handling. This cannot be overemphasized. Information is available in several forms, e.g., material safety data sheets and product labels. Consult your Bayer MaterialScience representative or contact Bayer MaterialScience's Product Safety and Regulatory Affairs Department in Pittsburgh, Pa.

* These items are provided as general information only. They are approximate values and are not part of the product specifications.

Viscosity vs. Temperature** for Arcol F-3040 Polyol



** Data presented in this chart is derived from a single sample and may vary from the typical properties information, which represents values derived by averaging data from various samples.

Note: The information contained in this bulletin is current as of September 2001. Please contact Bayer MaterialScience LLC to determine whether this publication has been revised.

Bayer MaterialScience LLC

100 Bayer Road Pittsburgh, PA 15205-9741 Phone: 1-412-777-2000 • www.BayerMaterialScienceNafta.com

The manner in which you use and the purpose to which you put and utilize our products, technical assistance and information (whether verbal, written or by way of production evaluations), including any suggested formulations and recommendations are beyond our control. Therefore, it is imperative that you test our products, technical assistance and information to determine to your own satisfaction whether they are suitable for your intended uses and applications. This application-specific analysis must at least include testing to determine suitability from a technical as well as health, safety, and environmental standpoint. Such testing has not necessarily been done by us. Unless we otherwise agree in writing, all products are sold strictly pursuant to the terms of our standard conditions of sale. All information and technical assistance is given without warranty or guarantee and is subject to change without notice. It is expressly understood and agreed that you assume and hereby expressly release us from all liability, in tort, contract or otherwise, incurred in connection with the use of our products, technical assistance, and information. Any statement or recommendation not contained herein is unauthorized and shall not bind us. Nothing herein shall be construed as a recommendation to use any product in conflict with patents covering any material or its use. No license is implied or in fact granted under the claims of any patent.

6.3 ANEXO C: FICHA TÉCNICA DEL DIISOCIANATO DE TOLUENO

EMMA T.D.I 80/20 TYPE**PRODUCT TYPE: EM TDI 80/20 Grade A****PRODUCT DESCRIPTION: Generic Quality Polyurethane Raw Material**

EMMA TDI 80/20 Grade A Toluene Diisocyanate is an 80/20 blend ratio of TDI isomers 2,4/ 2,6.

EMMA TDI 80/20 is used in the production of flexible polyurethane foam.

PROPERTY / UNIT	TYPICAL VALUE	TEST METHOD
2,4 Isomer Content %	80 +/- 1	ASTM D 4660
2,6 Isomer Content %	20 +/- 1	ASTM D 4660
Isocyanate Content %	99.5 Min	ASTM D 5155
Total Acidity (HCL)	Less than 40 ppm	ASTM D 5629
Hydrolyzable Chlorine	Less than 100 ppm	ASTM D 4663
Total Chlorine	Less than 700 ppm	ASTM D 4661
Colour (APHA)	Less than 50	ASTM D 4877

PRODUCT SAFETY AND HANDLING:

Follow the procedures as outlined in the MSDS for this material and other related chemicals used with this material, to produce flexible polyurethane foam.

When handling EMMA TDI, precautions should be taken to avoid exposure to the respiratory system, eyes or contact with the skin. If eye contact occurs, flush with plenty of water. If skin contact occurs, wash exposed areas thoroughly with soap and water, or other materials available for the decontamination of TDI.

Fresh air masks, gloves and other protective clothing must be worn when handling TDI before, during foaming and after foaming. To obtain MSDS for this product, other products and technical support, please contact your EMMA representative at one of the geographical locations listed / attached.

Emma Chemicals NV

(North Trade Building)

Noorderlaan 133 Bus 27 - 2030 Antwerpen Belgium

Tel: + 32 3 540 03 00 - Fax: + 32 3 540 03 09 - E-mail : info@emmachemicals.com

6.4 ANEXO D: FICHA TÉCNICA DE LA SILICONA

ORTEGOL[®] 500

ORTEGOL[®] 500 is a silicone-free blend of organic polymers used as a cell-opening additive, in particular in the manufacturing process of water-blown rigid polyurethane foams with an open-celled pore structure.

Physical Properties*

Appearance	Colorless to slightly yellow, clear to slightly turbid
Viscosity (25 °C)	2 000 - 3 000 mPas
Density	0.89 - 0.93 g/ml

* As this product is newly developed, the figures given above may have to be changed slightly for the final fixing.

Instructions for Storage

For ORTEGOL[®] 500 we guarantee a shelf life of at least 6 months upon delivery under the condition that it is stored in factory-packed containers and protected against extreme weather conditions, particularly against heat and moisture.

Application

The organic polymer structure of ORTEGOL[®] 500 has a very selective effect as a cell opener for rigid polyurethane foams without any influence on the cell size. It can be used in systems blown by auxiliary blowing agents and / or "blown by water".

ORTEGOL[®] 500 has no stabilizing strength therefore the use of a co-stabilizer is always necessary.

TEGOSTAB[®] B 8433, TEGOSTAB[®] B 8444 and TEGOSTAB[®] B 8466 have been identified as stabilizers with a good performance when used in combination with ORTEGOL[®] 500.

ORTEGOL[®] 500 is **insoluble** in several polyol systems which are in common use for the production of rigid polyurethane foams, however, in blends no separation of the blends was detected even after 7 days of storage. The applied concentration of ORTEGOL[®] 500 should be around 0.25 pphp to 1.0 parts per 100.0 parts polyol.

Packing

190 kg plastic drums
1 000 kg plastic containers

For Information

- on classification and labeling in accordance with shipping instructions and the Toxic Substances Control Act
- on protective measures during storage and handling
- on measures in case of accidents and fire
- on toxicology and ecological toxicity

please refer to our safety data sheets.

04/2005

Goldschmidt Polyurethane Additives

Goldschmidt GmbH
Goldschmidtstrasse 100 D-45127 Essen/Germany P.O. Box D-45116 Essen
Phone: +49 (201) 173-2229 Fax: +49 (201) 173-1991
polyurethane@degussa.com www.goldschmidt-pu.com

This information and all further technical advice is based on our present knowledge and experience. However, it implies no liability or other legal responsibility on our part, including with regard to existing third party intellectual property rights, especially patent rights. In particular, no warranty, whether express or implied, or guarantee of product properties in the legal sense is intended or implied. We reserve the right to make any changes according to technological progress or further developments. The customer is not released from the obligation to conduct careful inspection and testing of incoming goods. Performance of the product described herein should be verified by testing, which should be carried out only by qualified experts in the sole responsibility of a customer. Reference to trade names used by other companies is neither a recommendation, nor does it imply that similar products could not be used. (Status: May 2003)

6.5 ANEXO E: FICHA TÉCNICA DE LA AMINA TERCIARIA

TEGOAMIN[®] 33

TEGOAMIN[®] 33 is a solution of 33 % triethylene diamine in dipropylene glycol which is used as a catalyst for the manufacture of polyurethane foams and polyurethane elastomers.

Physical Properties	
Appearance	clear liquid with a low viscosity
Color	colorless to slightly yellow
Content of active ingredient	33.3 ± 0.3 %
Water content	max. 0.5 %
Solubility in water	unlimited

Instructions for Storage

For TEGOAMIN[®] 33 we guarantee a shelf life of at least 12 months upon delivery in factory-sealed drums (protected against moisture, heat and light).

Application

TEGOAMIN[®] 33 contains triethylene diamine which for quite some time has been counted among the standard catalysts for the production of polyurethanes. Thanks to its unique catalytic performance it accelerates both the isocyanate/water reaction and the isocyanate/polyol reaction and hence it is a suitable and important catalyst for the entire field of polyurethane processing.

The well-balanced, uniform acceleration of both reactions makes this amine an outstanding catalyst which improves production safety and at the same time ensures a wide processing latitude.

TEGOAMIN[®] 33 has been proved particularly suitable for the production of conventional flexible foams (slabstock and molded foams) and also in formulations for cold cured (HR) foams (slabstock and molded foams). Further fields of application are rigid polyurethane foams, microcellular foams and polyurethane coatings and elastomers. The examples for application given in this leaflet refer mostly to the use of TEGOAMIN[®] 33 in formulations for conventional flexible foams and cold cured (HR) foams.

Application in Flexible Hot Cured Foams

In conventional formulations for flexible foams this amine catalyst above all improves the production safety and definitely reduces the tendency to foaming defects like for example the formation of splits during the foaming procedure. In formulations which contain physical blowing agents TEGOAMIN[®] 33 enables the generation of open-celled and elastic foams and ensures fast curing and uniform density distribution. In formulations for foams in the density range between 20 and 30 kg/m³ TEGOAMIN[®] 33 can be used as the only catalyst or combined with another amine which predominantly accelerates the isocyanate/water reaction, like e. g. TEGOAMIN[®] DMEA.

In formulations for densities above 35 kg/m³ TEGOAMIN[®] 33 should be used in combination with a co-catalyst which promotes mainly the isocyanate/water (blowing) reaction. Especially well suited are TEGOAMIN[®] DMEA or TEGOAMIN[®] BDE at a mixing ratio of e. g. 1 : 1 or 1 : 2.



When only TEGOAMIN[®] 33 is used the applied concentration should be 0.14 – 0.25 parts by weight per 100 parts by weight polyol, whereas in the presence of higher amounts of blowing agents a catalyst concentration of up to 0.4 parts by weight may be required. For standard formulations for foams with different densities and foaming characteristics as well as different concentrations of TEGOAMIN[®] 33 please refer to table 1. The optimum applied concentrations should be selected considering the characteristics of the machinery, the reactivity of the used raw materials and the type of the stabilizer.

Thanks to its low viscosity and quick solubility in water and polyol TEGOAMIN[®] 33 can easily be dosed or blended with other components.

Application for Cold Cured or High Resilience Foams

In the production of cold cured (HR) foams TEGOAMIN[®] 33 is as important as in formulations for conventional flexible foams.

Formulations for cold cured foams which contain mostly highly reactive polyols, MDI/TDI mixtures or modified isocyanates as raw materials are best processed with catalyst combinations consisting of TEGOAMIN[®] 33 and an amine which predominantly accelerates the blowing reaction.

In such formulations TEGOAMIN[®] 33 promotes a catalysis so well-balanced that it cannot be achieved by tin catalysts with their much higher activity.

For the production of cold cured (HR) molded and slabstock foams with polymer polyols or PHD-polyols and pure TDI or TDI/MDI blends at a ratio of 80 : 20 TEGOAMIN[®] 33 is an equally valuable catalyst.

In these formulations TEGOAMIN[®] 33 is mostly used in combination with amines which promote predominantly the blowing reaction and tin catalysts, such as KOSMOS[®] 19. (DBTL) or KOSMOS[®] 29 (stannous octoate). What makes TEGOAMIN[®] 33 valuable also in these formulations is the evenly distributed activation of the cross-linking reaction, which improves the production safety – and in case of molded foams the flowing properties – of the foam mixtures. At the same time the curing characteristics are improved and a more uniform density distribution is achieved, in particular for slabstock foams.

Examples of formulations for cold cured (or HR) foams are given in tables 2 – 4.

Packing

50 kg iron drums
190 kg iron drums
1 000 kg plastic containers

For Information

- on classification and labeling in accordance with shipping instructions and the Toxic substances Control Act
- on protective measures during storage and handling
- on measures in case of accidents and fire
- on toxicology and ecological toxicity

please refer to our safety data sheets.



Table 1

Standard values for the application of TEGOAMIN® 33 in flexible hot cured foam								
Polyol, OH number 47	100	100	100	100	100	100	100	100
T 80	38.1	38.1	48.3	48.3	58.4	58.4	63.5	63.5
Water	3.0	3.0	4.0	4.0	5.0	5.0	5.5	5.5
TEGOSTAB® BF 2270	0.6	0.6	0.8	0.8	0.8	0.8	1.5	1.5
KOSMOS® 29	0.20	0.20	0.20	0.20	0.22	0.22	0.35	0.35
TEGOAMIN® 33	0.20	0.30	0.15	0.25	0.15	0.25	0.15	0.25
Methylene chloride	-	-	-	-	-	-	15	15
Rise time (sec.)	110	93	88	80	75	68	86	79
Density (kg/m ³)	31.0	30.9	24.0	24.3	20.2	20.0	14.0	13.9

All formulations in parts by weight.

Table 2

Standard values for the application of TEGOAMIN® 33 in formulations for HR molded foams			
PHD-polyol ¹⁾	75	-	-
Polymer polyol ²⁾	-	40	60
Polyol, OH number 35	25	60	40
Water, total	3.0	3.0	3.7
Diethanolamine	0.5	-	0.8
TEGOAMIN® 33	0.4	0.4	0.4
TEGOAMIN® BDE	0.12	0.18	0.12
KOSMOS® 19	0.02	0.03	0.02
TEGOSTAB® B 8719 LF	0.8	1.2	1.5
TDI 80/20	Index 100	-	Index 100
Mixture of 80% TDI and 20% crude MDI	-	Index 100	-
Density (free expansion) g/l	32	32	26

¹⁾e. g. Desmophen 7619

²⁾Polymer polyol, 20 % SAN

All formulations in parts by weight.



Table 3

Standard values for the application of TEGOAMIN® 33 in a formulation for HR molded foam

Polyol, OH number 35	100
Water	2.7
Triethanolamine	2.0
Diethanolamine	-
ORTEGOL® 204	-
TEGOAMIN® 33	0.6
TEGOAMIN® DMEA	0.4
Triethylamine	-
TEGOSTAB® 4113	0.8
Mixture of 50% crude MDI and 50% TDI 80/20	Index 105
Density (free expansion) g/l	38

Table 4

Standard values for the application of TEGOAMIN® 33 in formulations for HR slabstock foams

PHD-polyol (15% solid content)	100	-
Polymer polyol (5% solid content)	-	100
Water, total	3.5	2.3
Diethanolamine	1.4	1.3
TEGOAMIN® 33	0.12	0.1
TEGOAMIN® DMEA	-	0.1
TEGOAMIN® BDE	0.07	-
KOSMOS® 29	-	0.35
KOSMOS® 19	0.13	-
TEGOSTAB® B 8681	0.5	0.4
TDI 80/20	Index 100	-
TDI 65/35	-	Index 105
Density (kg/m³)	27	40

All formulations in parts by weight.

08/2005

Goldschmidt GmbH
 Goldschmidtstrasse 100 D-45127 Essen/Germany P.O. Box D-45116 Essen
 Phone: +49 (201) 173-2229 Fax: +49 (201) 173-1991
 polyurethane@degussa.com www.goldschmidt-pu.com

This information and all further technical advice is based on our present knowledge and experience. However, it implies no liability or other legal responsibility on our part, including with regard to existing third party intellectual property rights, especially patent rights. In

particular, no warranty, whether express or implied, or guarantee of product properties in the legal sense is intended or implied. We reserve the right to make any changes according to technological progress or further developments. The customer is not released from the obligation to conduct careful inspection and testing of incoming goods. Performance of the product described herein should be verified by testing, which should be carried out only by qualified experts in the sole responsibility of a customer. Reference to trade names used by other companies is neither a recommendation, nor does it imply that similar products could not be used. (Status: May 2003)

6.6 ANEXO F: FICHA TÉCNICA DEL OCTOATO DE ESTAÑO

KOSMOS[®] 29

KOSMOS[®] 29 is the stannous salt of the ethylhexanoic acid. It is also known under the name stannous octoate. Stannous octoate and the simultaneously applied tertiary amines are essential for the catalysis in the production of polyurethane foams.

Physical Properties	
Appearance	slightly yellow liquid
Viscosity (20 °C)	270 – 430 mPas
Specific gravity (20 °C)	1.25 ± 0.02 g/cm ³
Tinting value (Gardner)	< 6
Refractory index	1.4955 ± 0.0055
Tin content	28.0 – 29.3 %
Stannous content	96 % minimum in relation to the tin content
Solubility	soluble in polyols and most organic solvents, insoluble in water and alcohols

Instructions for Storage

For KOSMOS[®] 29 we guarantee a shelf life of at least 6 months upon delivery under the condition, that it is stored in factory-packed containers and protected against extreme weather conditions, particularly against heat and moisture.

The solidification point of KOSMOS[®] 29 is below –20 °C, storage at low temperatures is therefore principally no difficulty.

Application

In the production process of polyether polyurethane foams KOSMOS[®] 29 acts as an efficient catalyst and accelerates mainly the gelling reaction.

Due to interaction with the simultaneously applied amine activator even the blowing reaction is influenced to a certain extent. The optimum dosage therefore depends on the individual formulation and is influenced by such features as the reactivity of the applied polyether, type of the amine activator, type and quantity of the blowing agent and the desired rise time.

Foams with a high percentage of closed cells are indicators of a too strong catalysis of the gelling reaction. Lots of tiny fissures in combination with an exceptionally open cell structure and an absolutely inferior tear strength indicate that the stannous octoate level is too low.

Applied concentrations of 0.17 to 0.4 parts by weight KOSMOS[®] 29 per 100 parts polyol are quite common. Special formulations for low density foams may require up to 0.7 parts by weight KOSMOS[®] 29, especially if methylene chloride is used as an additional blowing agent.

KOSMOS[®] 29 can be dosed separately or as a premix with a small amount of polyol, e.g. at a ratio of 1:10. The latter is done in practice for improving the dosing accuracy. Such premixes should, however, be used up quickly, preferably within the same day.



It is in the chemical nature of stannous octoate that it is sensitive against oxygen and moisture. In order to ensure optimum stability in spite of this KOSMOS[®] 29 is provided with a double protection. It contains a stabilizing substance and it is filled in under a dry nitrogen atmosphere.

These provisions and a special production process which excludes any contaminations which may affect the storage time or the catalytic activity ensure the exceptional storage stability of KOSMOS[®] 29. Nevertheless, it is recommended to use up quickly the contents of opened containers.

Tertiary amines which are also necessary for a well-balanced catalysis chemically attack stannous octoate and destroy its catalytic efficiency within a very short time. Organizational precautions must therefore be taken in order to exclude any cross contamination.

Packing

25 kg pallets with plastic cans (12 cans per pallet)
220 kg iron drums
1 100 kg one-way containers

For Information

- on classification and labeling in accordance with shipping instructions and the Toxic Substances Control Act
- on protective measures during storage and handling
- on measures in case of accidents and fire
- on toxicology and ecological toxicity

please refer to our safety data sheets.

08/2003

6.7 ANEXO G: FICHA TÉCNICA DE LA GLICERINA



DISTRIBUIDORA DE QUÍMICOS
INDUSTRIALES S.A.

FICHA TÉCNICA GLICERINA USP

1. IDENTIFICACIÓN DEL PRODUCTO

Nombre Químico	Glicerina USP.
Formula Química	$C_3H_5(OH)_3$
Peso molecular	92.09 g/mol
Sinónimos	Glicerol Alcohol glicílico 1,2,3-propanotriol

2. DESCRIPCIÓN

- Líquido siruposo, claro, incoloro e inodoro, sabor dulce, higroscópico
- Soluble en agua y alcohol (las soluciones acuosas son neutras), insoluble en éter, benceno, cloroformo y aceites fijos y volátiles.
- Combustible, poco tóxico.

3. ESPECIFICACIONES DEL PRODUCTO

Glicerol	95% mín.
Cloruros	10 ppm máx.
Ácidos grasos y ésteres	1 máx (ml de 0.5 N NaOH/ 50g)
Sulfatos	20 ppm máx.
Metales pesados	5 ppm máx.
Compuestos clorados	30 ppm máx.
Aldehídos	5 ppm máx
Compuestos halogenados	35 ppm, máx
Índice de refracción a 20°C	1.470 – 1.475
Azúcar	negativo
Cenizas sulfatadas	0.01% máx
Agua	0.5% máx
Residuos por ignición	0.01% máx

4. PROPIEDADES

Apariencia	Líquido siruposo
Color (APHA)	10 máx

FECHA	REALIZO	REVISO	ACTUALIZO
2008/03/ 26	I.Q. Iván Darío Ospina	I.Q. Doria Maria Naranjo	I.Q. Iván Darío Ospina

Cra. 50C N° 10 Sur-18 Tels: 361 07 11 Fax: 285 64 74
Apartado Aéreo: 060802 - e-mail: quindus@une.net.co Medellín - Colombia.



DISTRIBUIDORA DE QUÍMICOS
INDUSTRIALES S.A.

Olor	inoloro
Punto de inflamación	177° C
Punto de fusión	17° C
Punto de ebullición	290° C
Gravedad específica (a 25/25 °C)	1.249 mín
Temperatura de autoignición	393° C

5. APLICACIONES

Resinas alquídicas, celofán, explosivos, gomas de éster, productos farmacéuticos, perfumería, plastificante para celulosa regenerada, cosméticos, productos alimenticios, acondicionamiento de tabaco, licores, disolventes, rollos para tinta de imprenta, agente emulsionante, sellos de goma y tintas de copia, ligante para cementos y mezclas, revestimientos de papeles y acabados, jabones especiales, lubricantes y reblandecedor, fluido hidráulico, humectante.

6 INFORMACIÓN TOXICOLÓGICA

La dosis letal en ratas es mayor de 20 ml/kg administrada oralmente y 4.4 ml/kg administrada por vía endovenosa.

La ingestión oral de cantidades grandes puede causar efectos sistemáticos como dolor de cabeza, sed y náuseas.

No es posible que se produzcan efectos adversos por una única y prolongada inhalación (horas).

7 CONDICIONES DE ALMACENAMIENTO Y MANEJO

- En contacto con agentes oxidantes y fuertes como trióxido de cromo, clorato de potasio o permanganato de potasio, puede producir explosión.
- Es estable a condiciones de almacenamiento usuales.
- Absorbe humedad con el aire.
- Además absorbe ácido sulfídrico (H₂S), ácido cianhídrico (HCN), anhídrido sulfuroso (SO₂) y materiales oxidantes.

FECHA	REALIZO	REVISO	ACTUALIZO
2008/03/ 26	I.Q. Iván Darío Ospina	I.Q. Doria Maria Naranjo	I.Q. Iván Darío Ospina

Cra. 50C N° 10 Sur-18 Tels: 361 07 11 Fax: 285 64 74

Apartado Aéreo: 060802 - e-mail: quindus@une.net.co Medellín - Colombia.

6.8 ANEXO H: FICHA TÉCNICA DEL CARBONATO DE CALCIO



Sulfatos Naturales Ocucaje S.A.C.

CALCYMAX "S" - Carbonato de Calcio

FICHA TÉCNICA

Fórmula	:	CaCO ₃
Presentación	:	Polvo Blancos
Nombre Común	:	Tiza cruda - carbonato de calcio
	:	Calcite (CaCO ₃)
Pureza	:	99%
pH	:	8.71

Análisis Típico:

Cont. de Calcio expresado como CaCO ₃	:	97.60 - 98.10%
Cont. de Calcio expresado como CaO	:	54.66 - 54.94%
Cont. de Calcio expresado como Ca	:	39.04 - 39.24%
Contenido de Mg expresado como MgO	:	0.66 - 1.08%
Cont. de Sílice expresado como SiO ₂	:	max. 0.15%
Contenido de Hierro expresado como Fe ₂ O ₃	:	max. 0.035%
Humedad	:	3.80 - 8.60%



Peso Específico	:	2.7 gr/cc
Fusión	:	A 825 °C pierde la primera molécula de agua.
Solubilidad	:	1.3 mg /100g @180°C
Empaque	:	Sacos de 50 Kgs de polipropileno laminado.

Almacenaje : Producto natural, mantenerse a la sombra en lugar fresco y seco

Calle Los Seibos i - 55 La Capullana - Surco Lima 33- Perú
Telf: (511) 271-5912 / Nextel: 831*3640 Fax: (511) 448-1653

6.9 ANEXO I: RESULTADOS DE LAS PRUEBAS DE LABORATORIO

40% Compression

[SETUP INFORMATION]

Operator: C. FALCON
Gage Length (mm): No Data Found
Grips:

Test Speed (mm/min) 50.000
Sample Width (mm): No Data Found
Load Cell:

Thwing-Albert EJA
Software: MAP 3

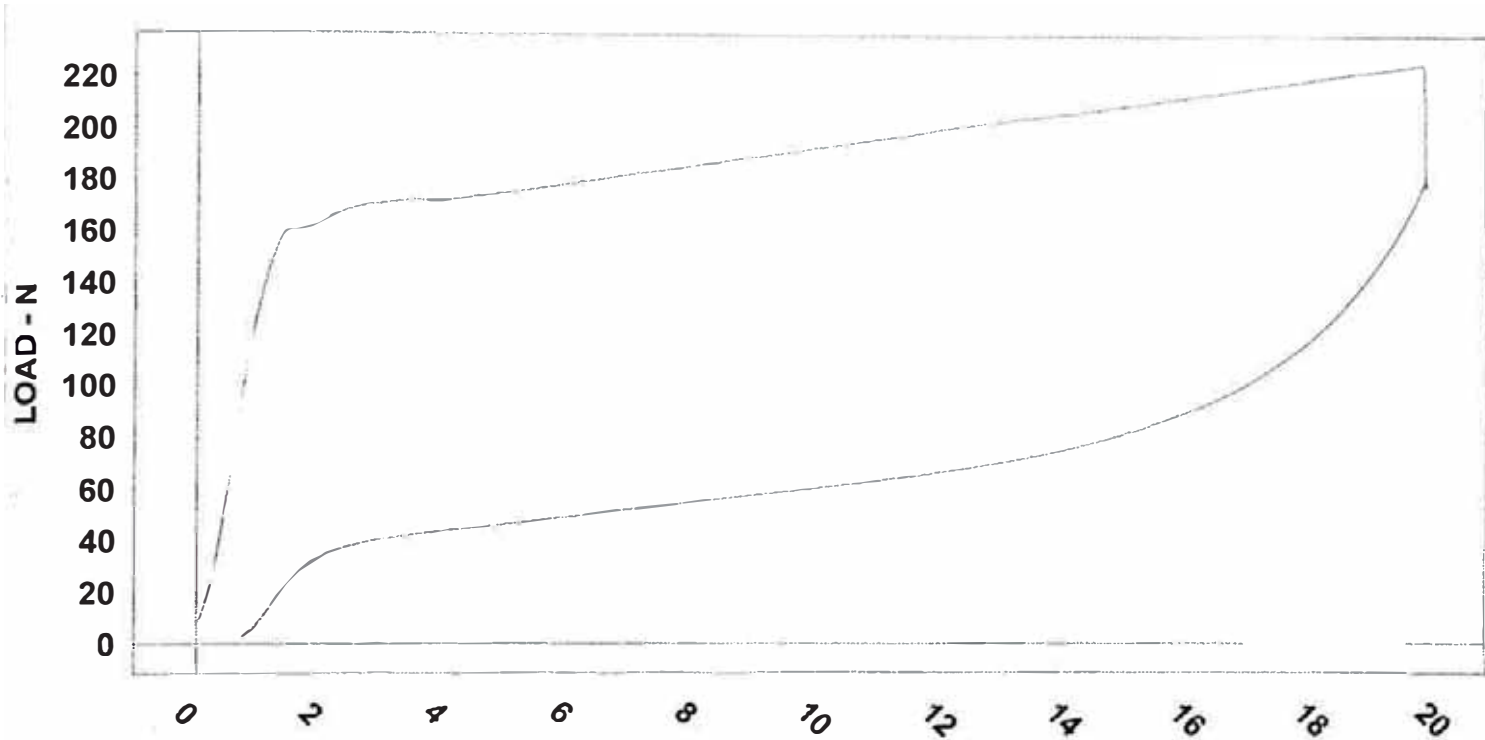
Lot #: MUESTRA

[SPECIMEN INFORMATION]

Product: D 20 B

Direction: SI CAL

Sample - 66*



Sample	Force@Trap - N	THICKNESS - mm	YOUNGS_MODULUS - MPa
● Sample - 66	178.406	49.530	0.220

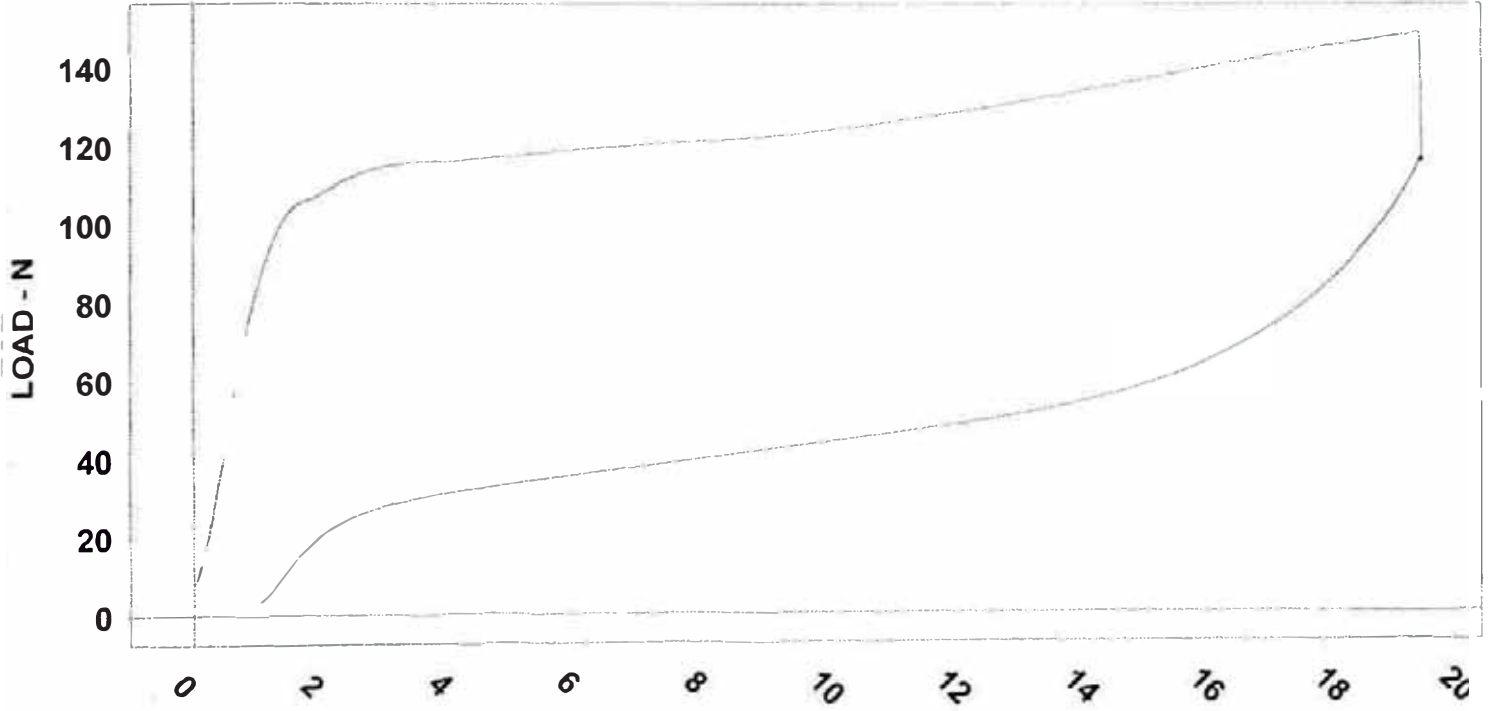
40% Compression

Operator: C.FALCON
Gage Length (mm): No Data Found
Grips:
Lot #: MUESTRA

[SETUP INFORMATION]
Test Speed (mm/min) 50.000
Sample Width (mm): No Data Found
Load Cell:
[SPECIMEN INFORMATION]
Product: D 20 B

Thwing-Albert EJA
Software: MAP 3
Direction: SIN CAL

Sample - 75*



Sample	Force@Trap - N	THICKNESS - mm	YOUNGS_MODULUS - MPa
● Sample - 75	115.845	48.488	0.131

UNSPECIFIED

UNSPECIFIED
UNSPECIFIED
ASTM D3574 F

Operator: C.FALCON
TEAR DISTANCE (mm): 101.600

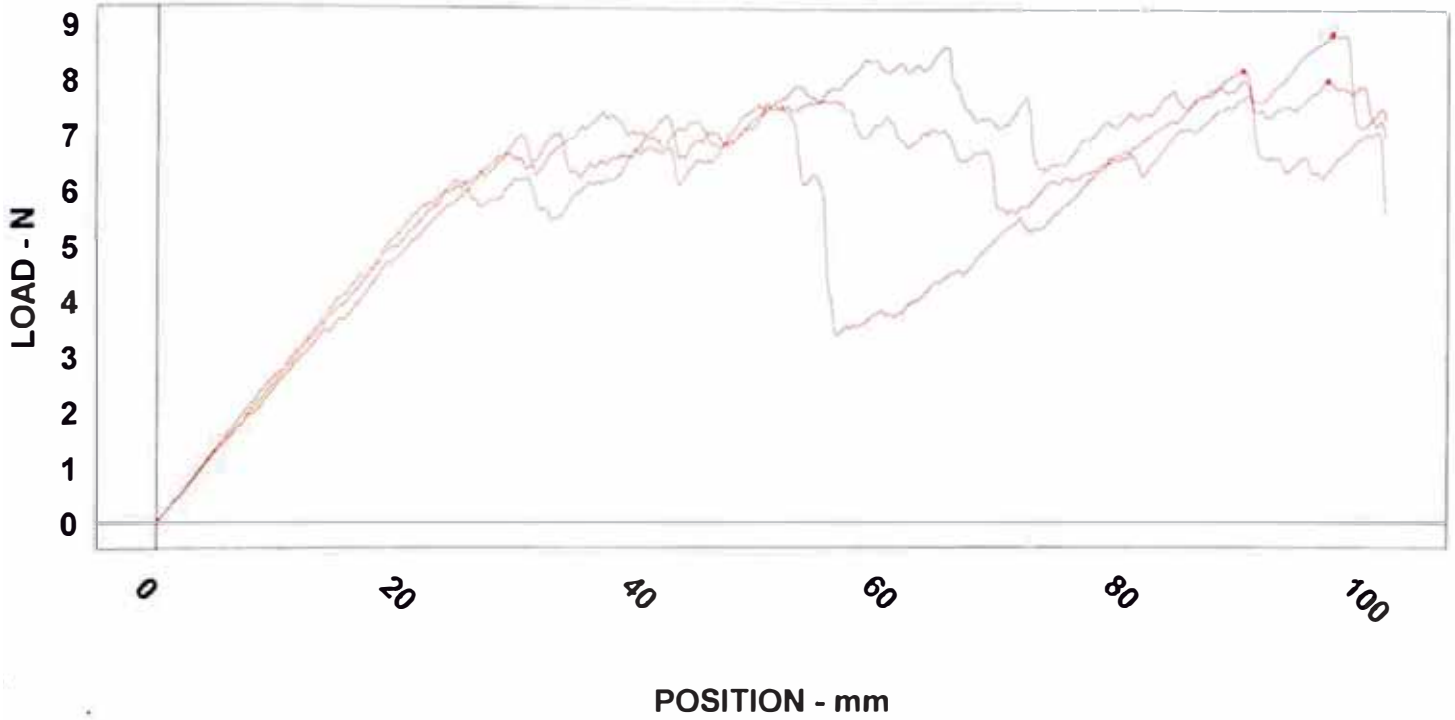
[SETUP INFORMATION]
Test Speed (mm/min) 500.000

Thwing-Albert EJA
Software: MAP 3

LOT#: MUESTRA

[SPECIMEN INFORMATION]
PRODUCT#: D 20 B

Direction: SIN CAL



Sample	High Load N	Tear Strength N/m
● Sample - 28	8.049	316.4
● Sample - 29	8.224	328.7
● Sample - 31	8.896	356.3
*****	*****	*****
Mean	8.390	333.8

UNDEFINED
UNDEFINED
UNDEFINED
ASTM D3574 E

[SETUP INFORMATION]

Operator: C.FALCON

Test Speed (mm/min)500.000

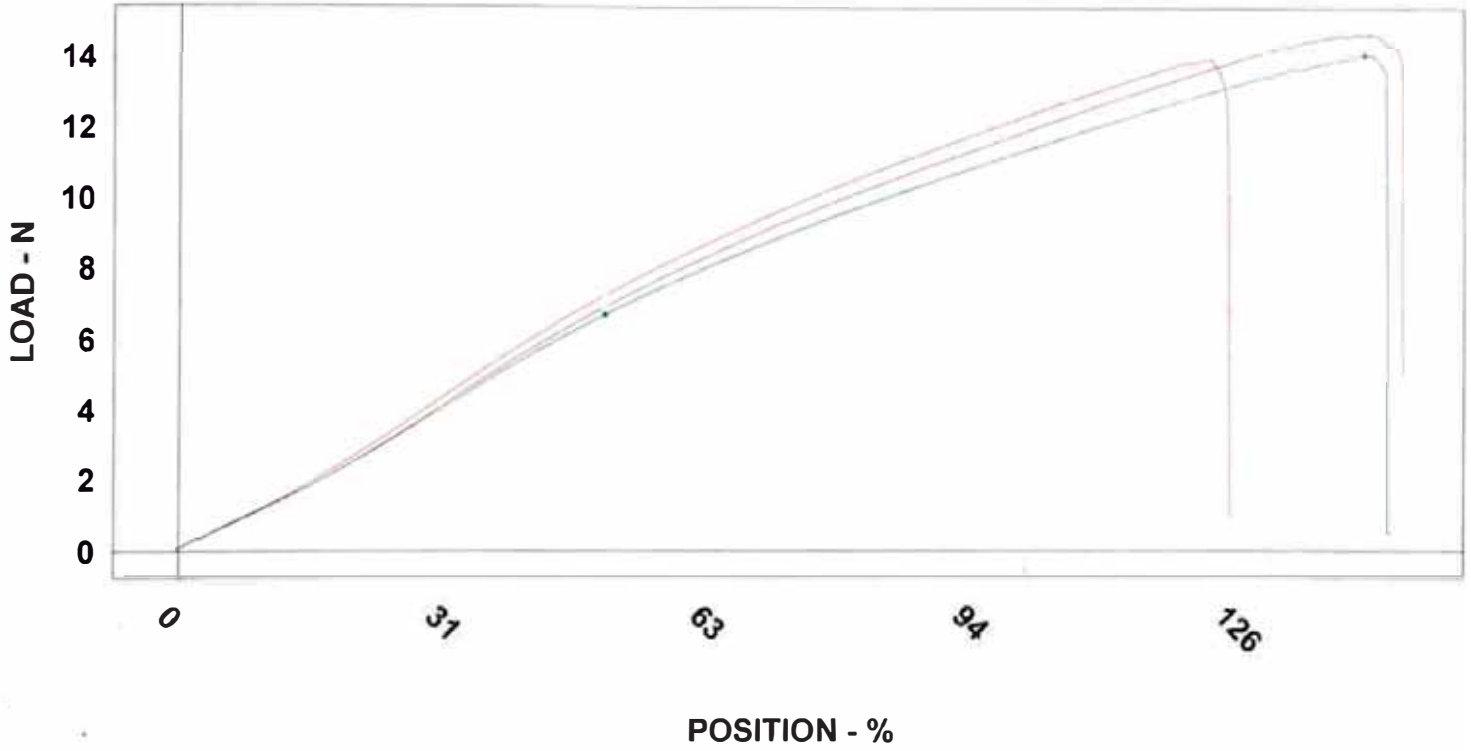
Thwing-Albert EJA

[SPECIMEN INFORMATION]

Lot #: MUESTRA

Product: D20B

Direction: SINICAL



Sample	Thickness- mm	Tensile@Ultimate KPa	Elongation @ Break %	Max Load N	Stress@Elongation Trap - kPa
● Sample - 57	11.81	93.9	144.32	14.08	44.61
● Sample - 58	12.58	92.0	146.08	14.70	43.26
● Sample - 60	12.63	87.1	125.00	13.97	45.04
*****	*****	*****	*****	*****	*****
Mean	12.34	91.0	138.47	14.25	44.31
Std. Dev.	0.46	3.5	11.70	0.39	0.93
Max	12.63	93.9	146.08	14.70	45.04
Min	11.81	87.1	125.00	13.97	43.26

40% Compression

Operator: C.FALCON
Gage Length (mm): No Data Found
Grips:

[SETUP INFORMATION]
Test Speed (mm/min) 50.000
Sample Width (mm): No Data Found
Load Cell:

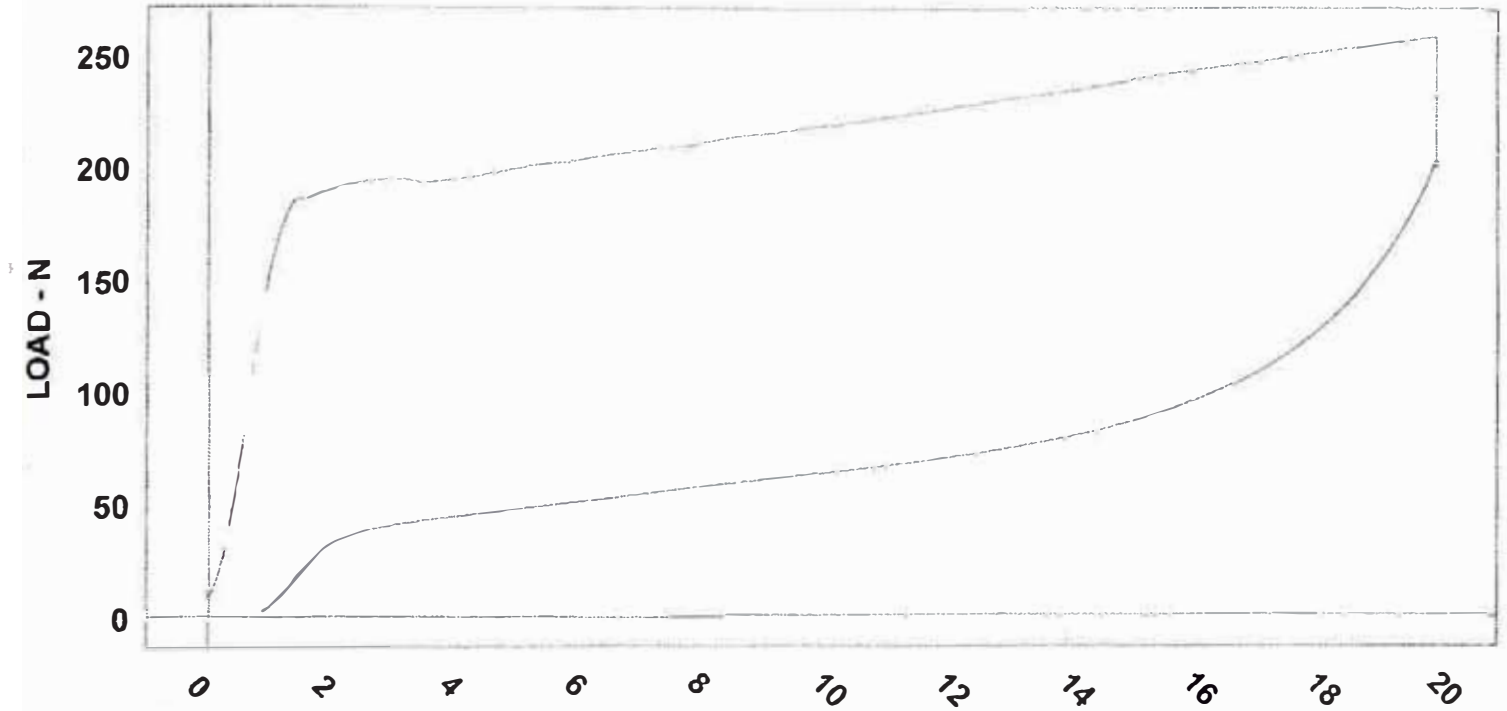
Thwing-Albert EJA
Software: MAP 3

Lot #: MUESTRA

[SPECIMEN INFORMATION]
Product: D 20 B

Direction: CAL 20%

Sample - 67



Sample	Force@Trap - N	THICKNESS - mm	POSITION	YOUNGS_MODULUS - MPa
● Sample - 67	202.576	49.498		0.268

40% Compression

[SETUP INFORMATION]

Operator: C.FALCON
Gage Length (mm): No Data Found
Grips:

Test Speed (mm/min) 50.000
Sample Width (mm): No Data Found
Load Cell:

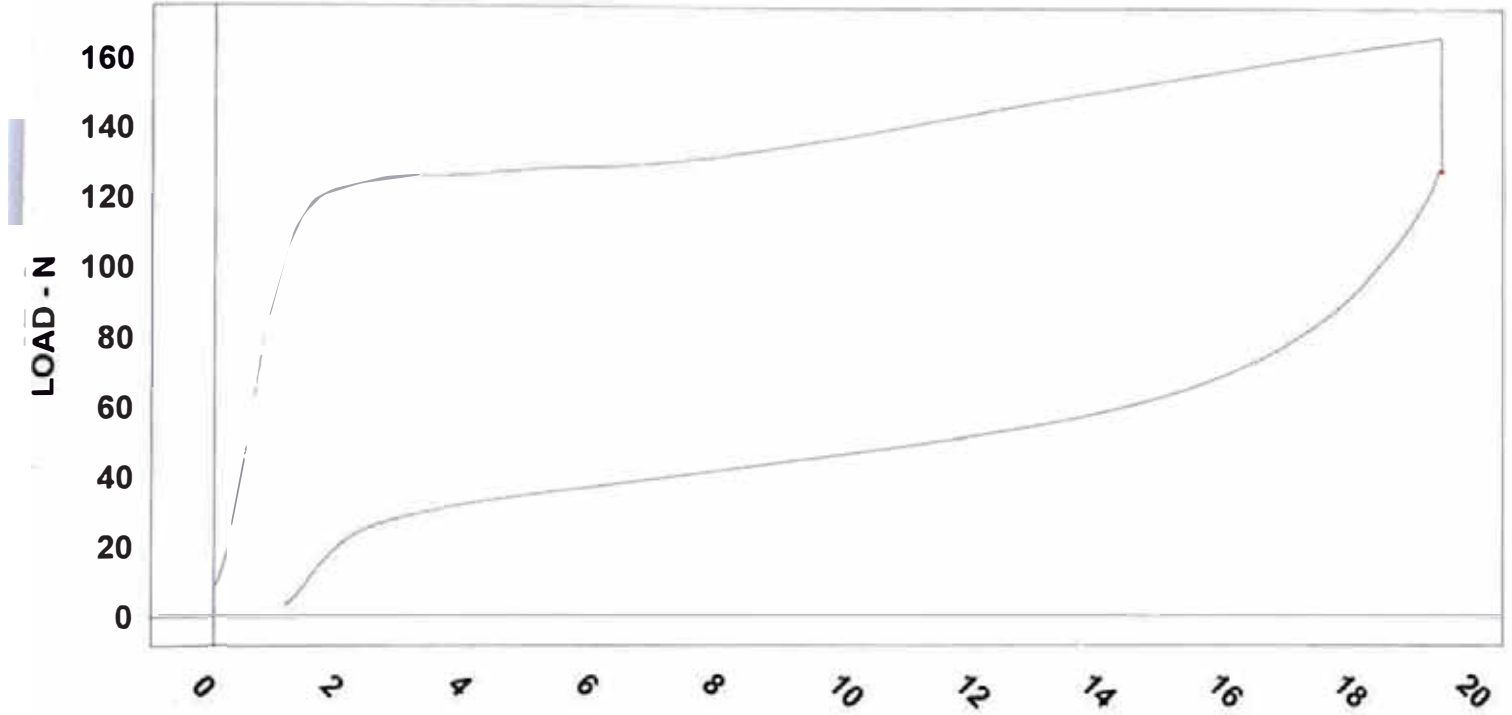
Thwing-Albert EJA
Software: MAP 3

Lot #: MUESTRA

[SPECIMEN INFORMATION]
Product: D20 B

Direction: CAL 20%

Sample - 76*



Sample	Force@Trap - N	THICKNESS - mm	YOUNGS_MODULUS - MPa
● Sample - 76	128.052	48.574	0.153

UNSPECIFIED

UNSPECIFIED
UNSPECIFIED
ASTM D3574 F

Operator: C.FALCON
TEAR DISTANCE (mm): 101.600

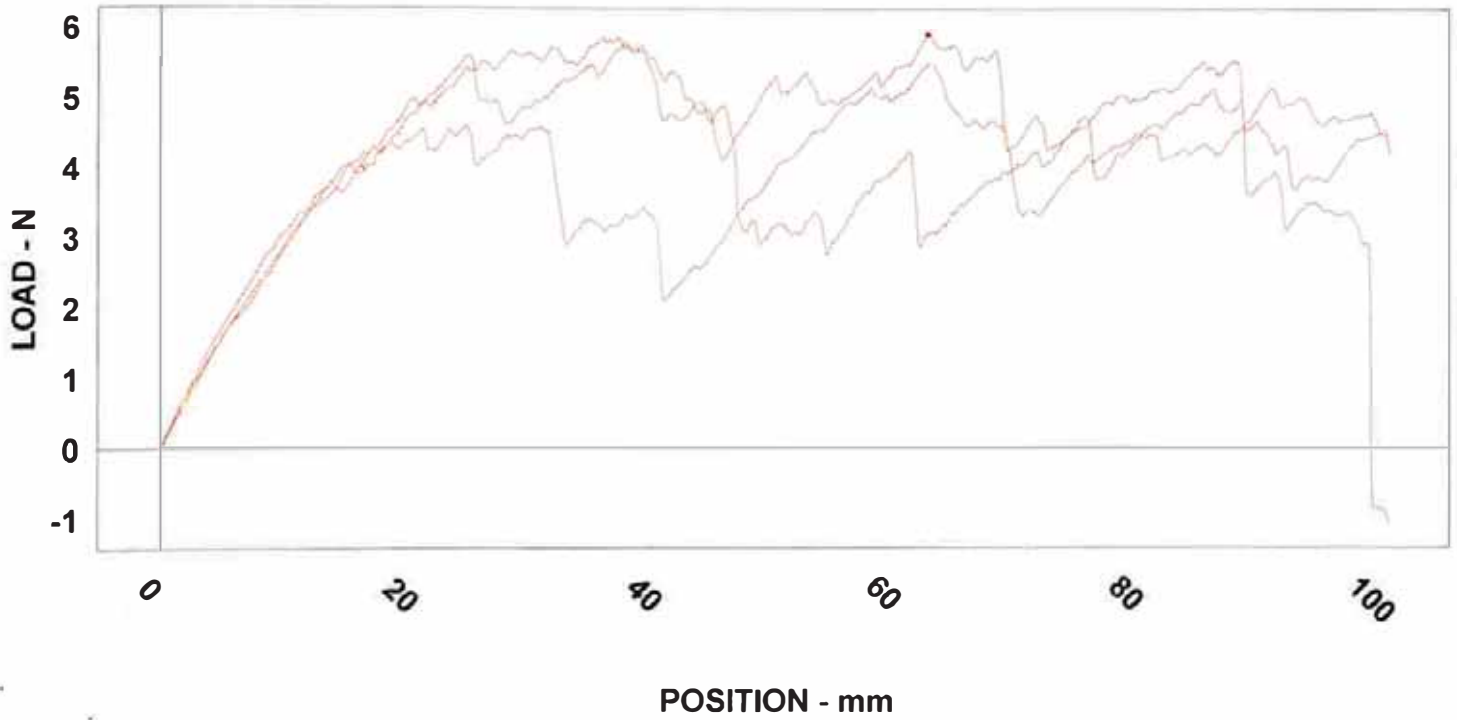
[SETUP INFORMATION]
Test Speed (mm/min) 500.000

Thwing-Albert EJA
Software: MAP 3

LOT#: MUESTRA

[SPECIMEN INFORMATION]
PRODUCT#: D 20 B

Direction: CAL 20 %



Sample	High Load N	Tear Strength N/m
● Sample - 32	5.936	238.4
● Sample - 33	5.539	222.2
● Sample - 34	5.852	234.7
*****	*****	*****
Mean	5.775	231.8

40% Compression

[SETUP INFORMATION]

Operator: C.FALCON
Gage Length (mm): No Data Found
Grips:

Test Speed (mm/min) 50.000
Sample Width (mm): No Data Found
Load Cell:

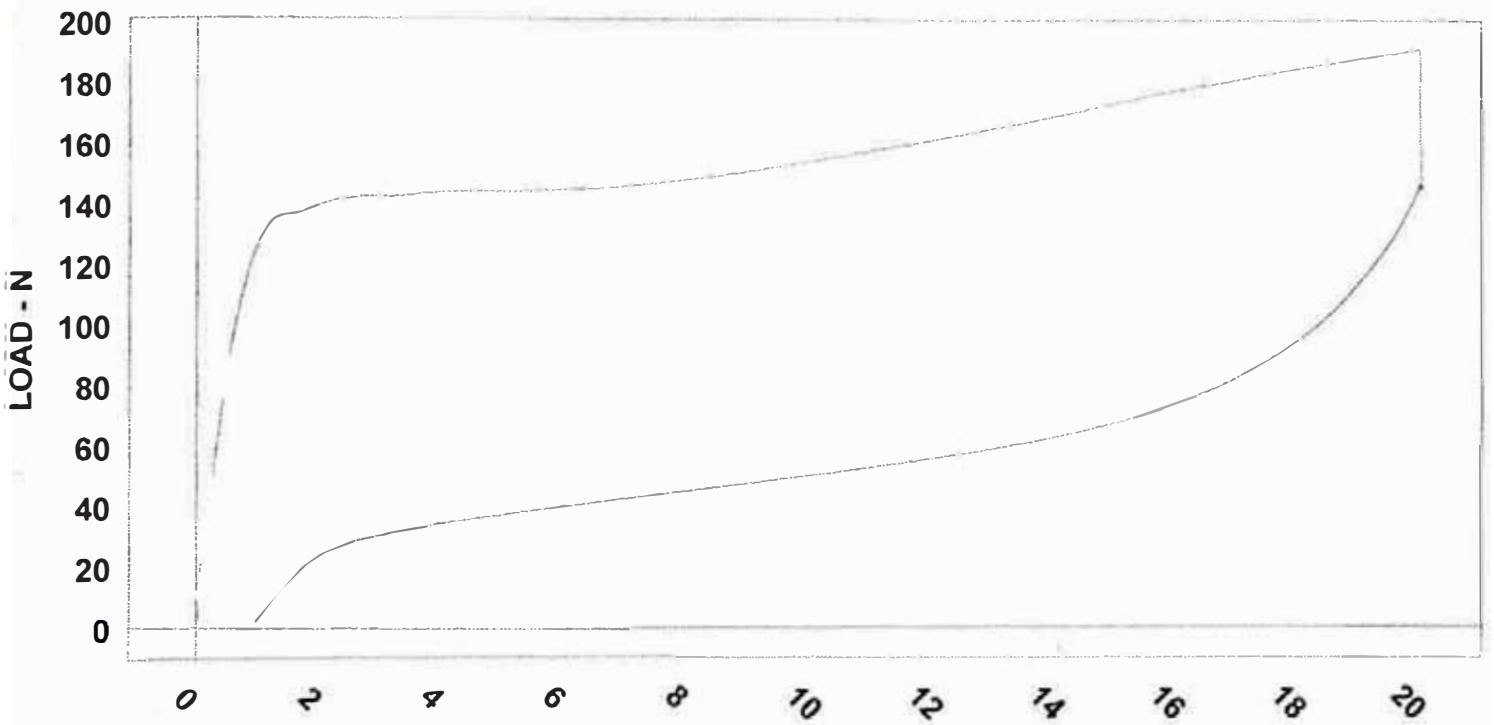
Thwing-Albert EJA
Software: MAP 3

Lot #: MUESTRA

[SPECIMEN INFORMATION]
Product: D 20B

Direction: CAL 30%

Sample - 81*



Sample	Force@Trap - N	THICKNESS - mm	POSITION	YOUNGS_MODULUS - MPa
● Sample - 81	146.301	50.401	0.233	

UNDEFINED
 UNDEFINED
 UNDEFINED
 ASTM D3574 E

Operator: C.FALCON

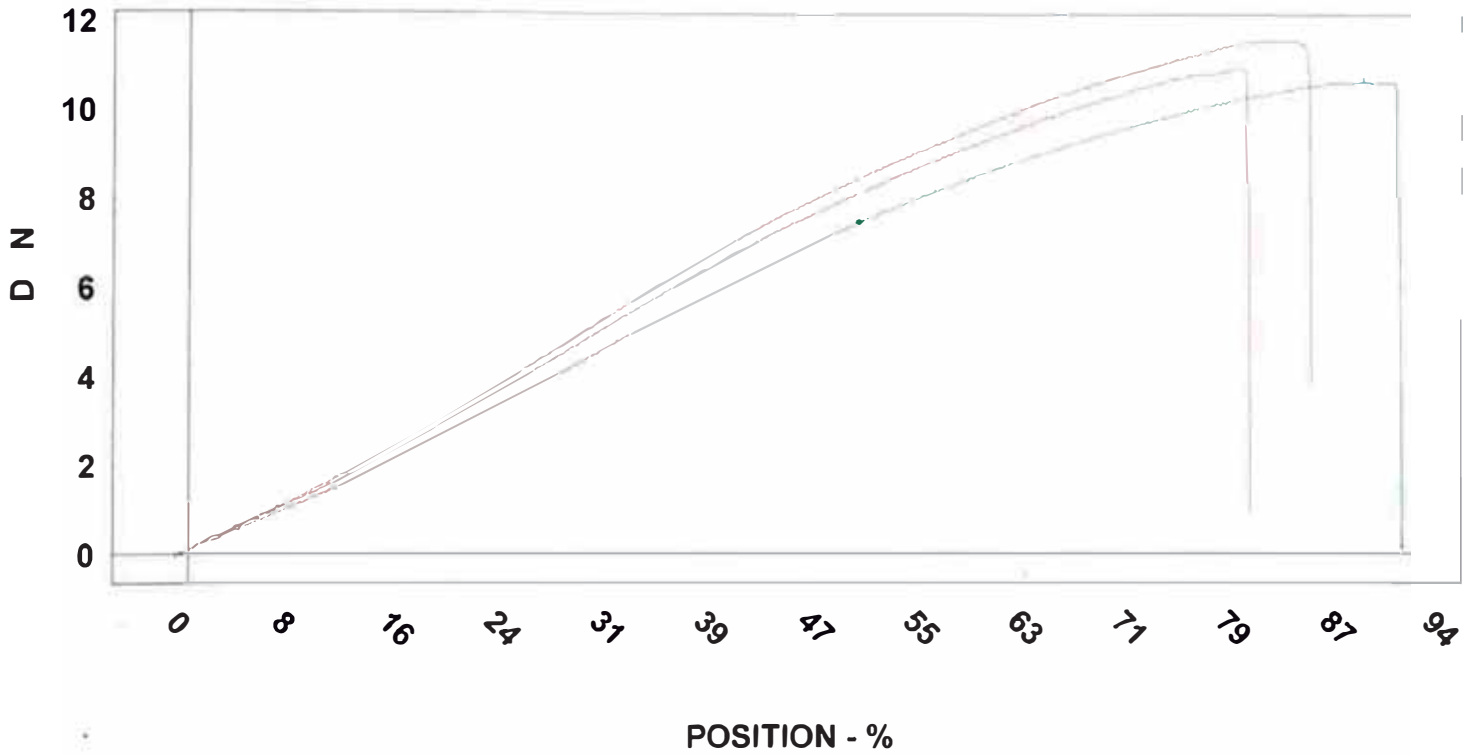
[SETUP INFORMATION]
 Test Speed (mm/min) 500.000

Thwing-Albert EJA

Lot #: MUESTRA

[SPECIMEN INFORMATION]
 Product: D20B

Direction: CAL 20%



Sample	Thickness- mm	Tensile@Ultimate KPa	Elongation @ Break %	Max Load N	Stress@Elongation Trap - kPa
● Sample - 63	11.99	70.1	91.11	10.68	49.15
● Sample - 64	13.35	68.5	84.12	11.61	50.17
● Sample - 65	13.02	66.5	79.55	11.00	49.42
*****	*****	*****	*****	*****	*****
Mean	12.79	68.4	84.92	11.10	49.58
Std. Dev.	0.71	1.8	5.82	0.47	0.53
Max	13.35	70.1	91.11	11.61	50.17
Min	11.99	66.5	79.55	10.68	49.15

40% Compression

[SETUP INFORMATION]

Operator: C.FALCON
Gage Length (mm): No Data Found
Grips:

Test Speed (mm/min) 50.000
Sample Width (mm): No Data Found
Load Cell:

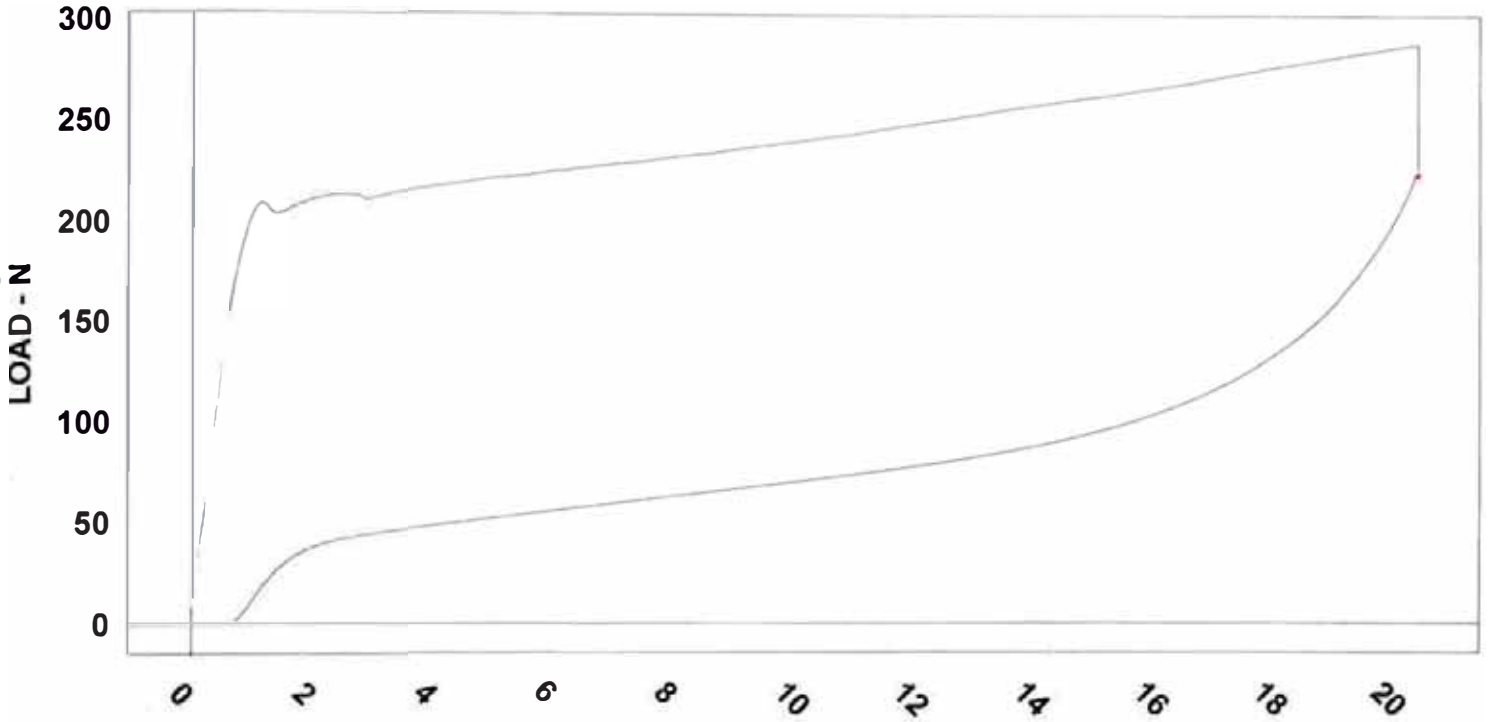
Thwing-Albert EJA
Software: MAP 3

Lot #: MUESTRA

[SPECIMEN INFORMATION]
Product: D 20B

Direction: C/AL 30%

Sample - 61*



Sample	Force@Trap - N	THICKNESS - mm	YOUNGS_MODULUS - MPa
● Sample - 61	223.511	51.105	0.377

UNSPECIFIED

UNSPECIFIED
UNSPECIFIED
ASTM D3574 F

[SETUP INFORMATION]

Operator: C.FALCON
TEAR DISTANCE (mm): 101.600

Test Speed (mm/min) 500.000

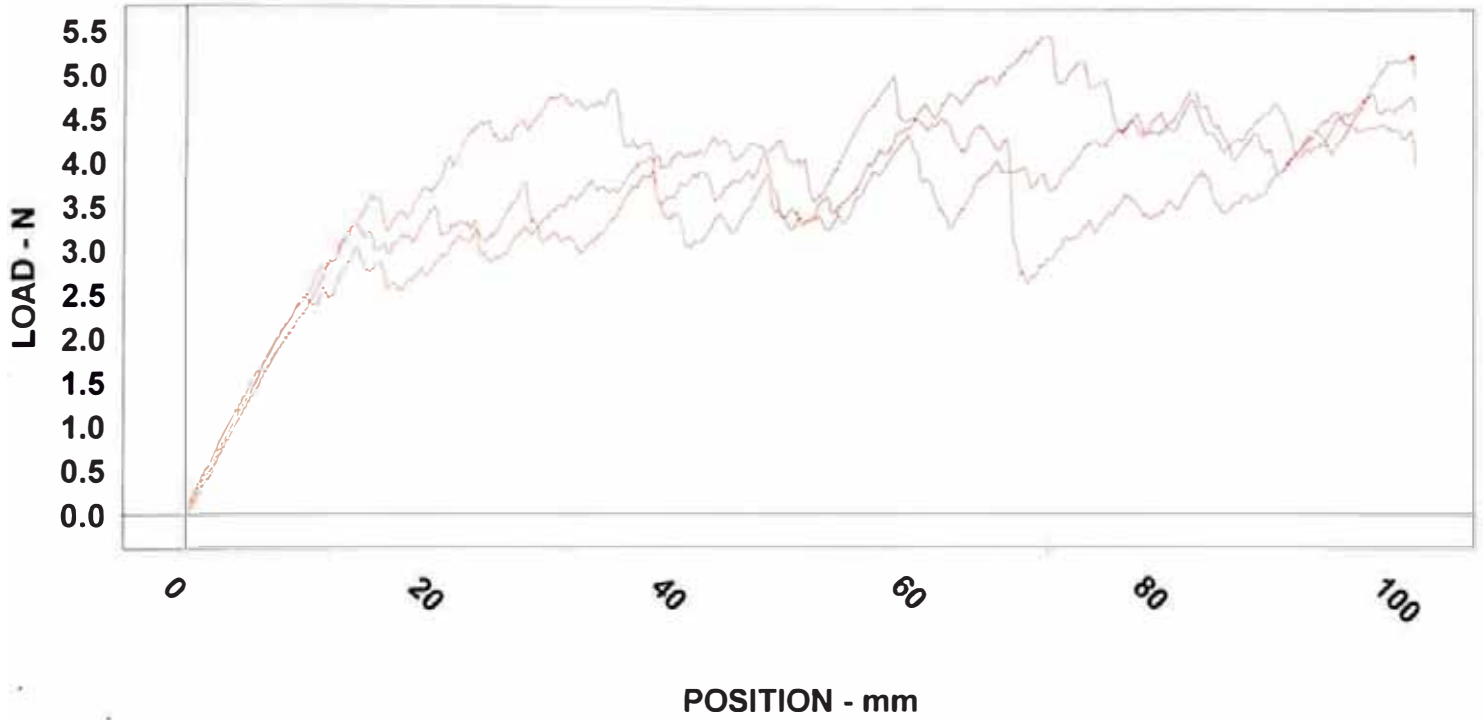
Thwing-Albert EJA
Software: MAP 3

[SPECIMEN INFORMATION]

LOT#: MUESTRA

PRODUCT#: D 20B

Direction: CAL 30%



Sample	High Load N	Tear Strength N/m
● Sample - 8	5.234	213.1
● Sample - 9	4.875	198.4
● Sample - 10	5.508	225.0
*****	*****	*****
Mean	5.206	212.2

UNDEFINED
 UNDEFINED
 UNDEFINED
 ASTM D3574 E

[SETUP INFORMATION]

Operator: C.FALCON

Test Speed (mm/min)500.000

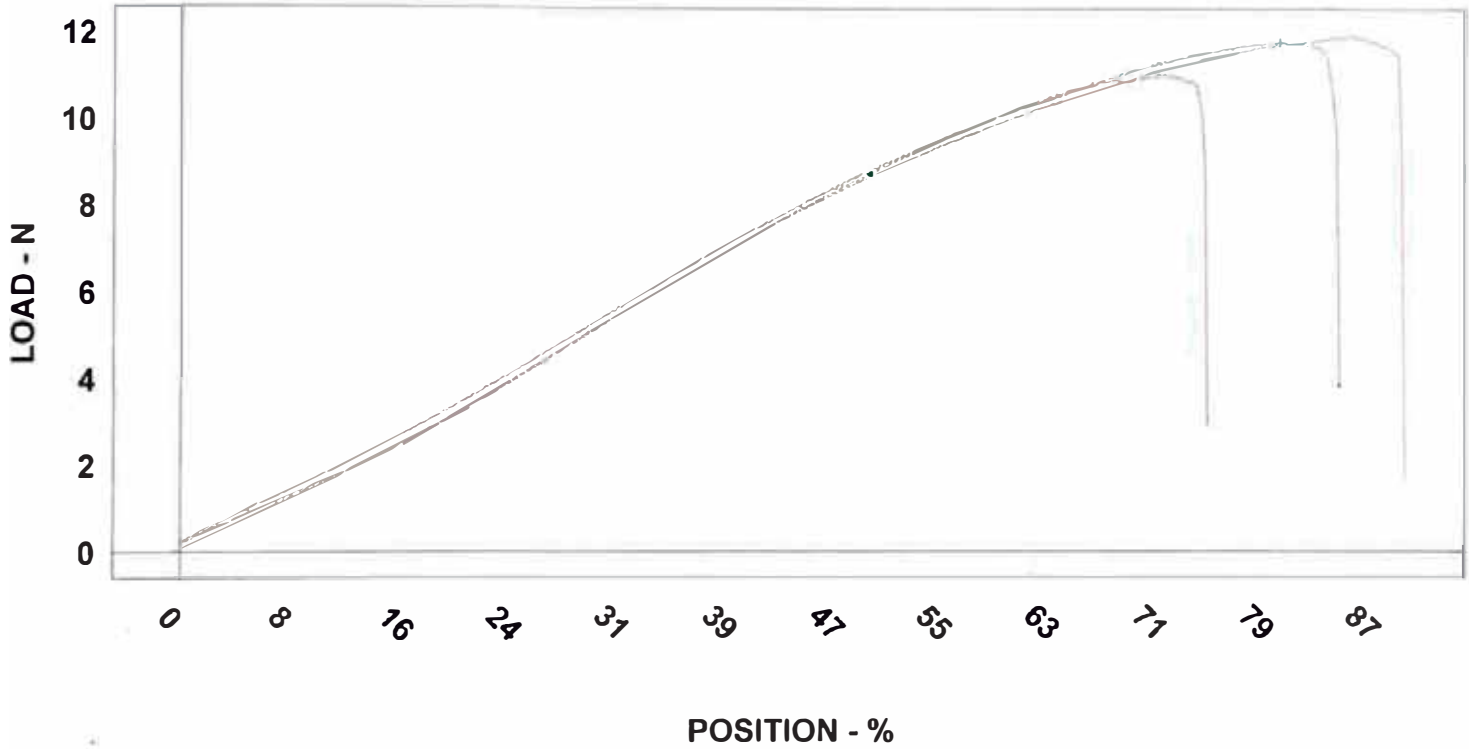
Thwing-Albert EJA

[SPECIMEN INFORMATION]

Lot #: MUESTRA

Product: D 20 B

Direction: CAL 30%



Sample	Thickness- mm	Tensile@Ultimate KPa	Elongation @ Break %	Max Load N	Stress@Elongation Trap - kPa
● Sample - 16	12.73	73.2	84.52	11.84	54.13
● Sample - 17	12.89	67.9	74.68	11.11	54.06
● Sample - 18	12.56	75.1	89.25	11.99	54.67
*****	*****	*****	*****	*****	*****
Mean	12.73	72.1	82.82	11.64	54.29
Std. Dev.	0.17	3.8	7.43	0.47	0.33
*Max	12.89	75.1	89.25	11.99	54.67
Min	12.56	67.9	74.68	11.11	54.06

40% Compression

[SETUP INFORMATION]

Operator: C.FALCON
 Gage Length (mm): No Data Found
 Grips:

Test Speed (mm/min) 50.000
 Sample Width (mm): No Data Found
 Load Cell:

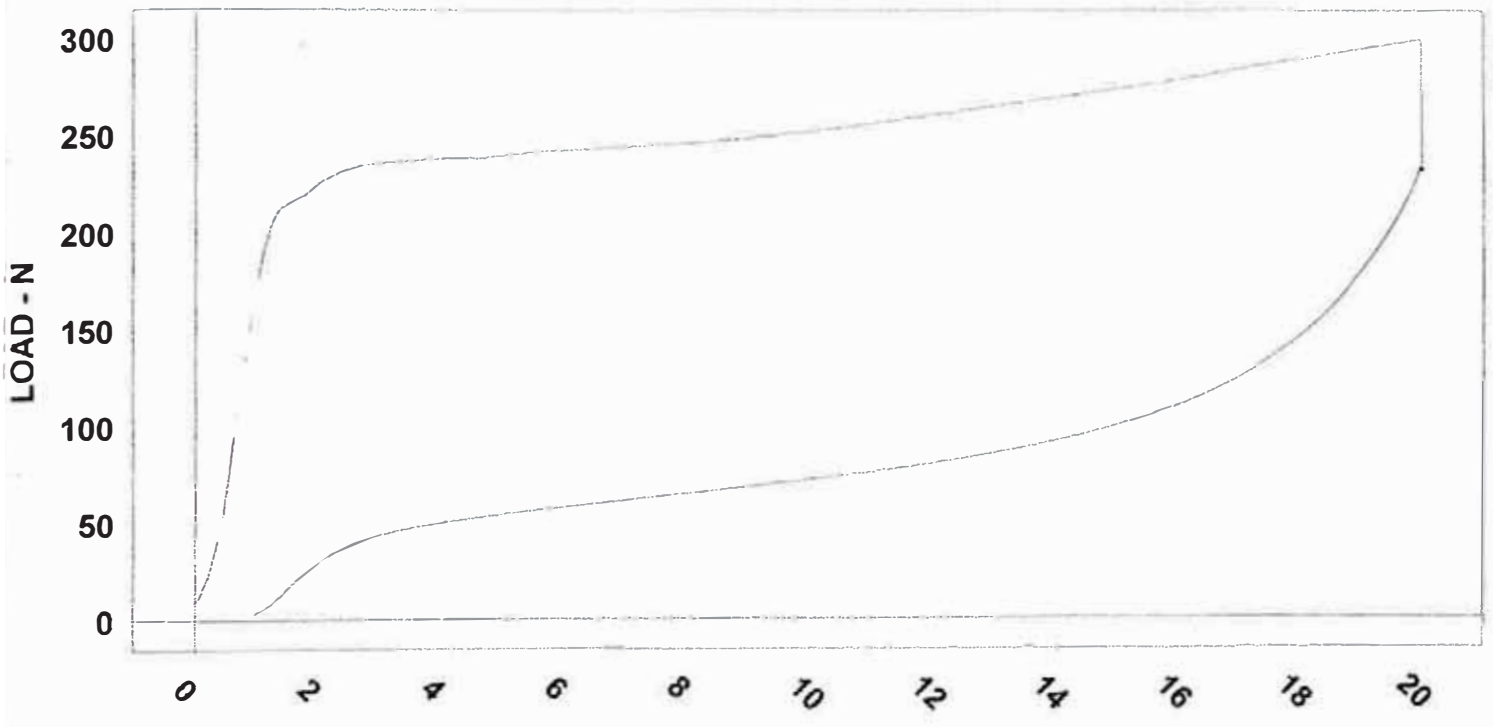
Thwing-Albert EJA
 Software: MAP 3

Lot #: MUESTRA

[SPECIMEN INFORMATION]
 Product: D 20B

Direction: CAL 40%

Sample - 62*



Sample	Force@Trap - N	THICKNESS - mm	YOUNGS MODULUS - MPa
● Sample - 62	231.628	50.217	0.327

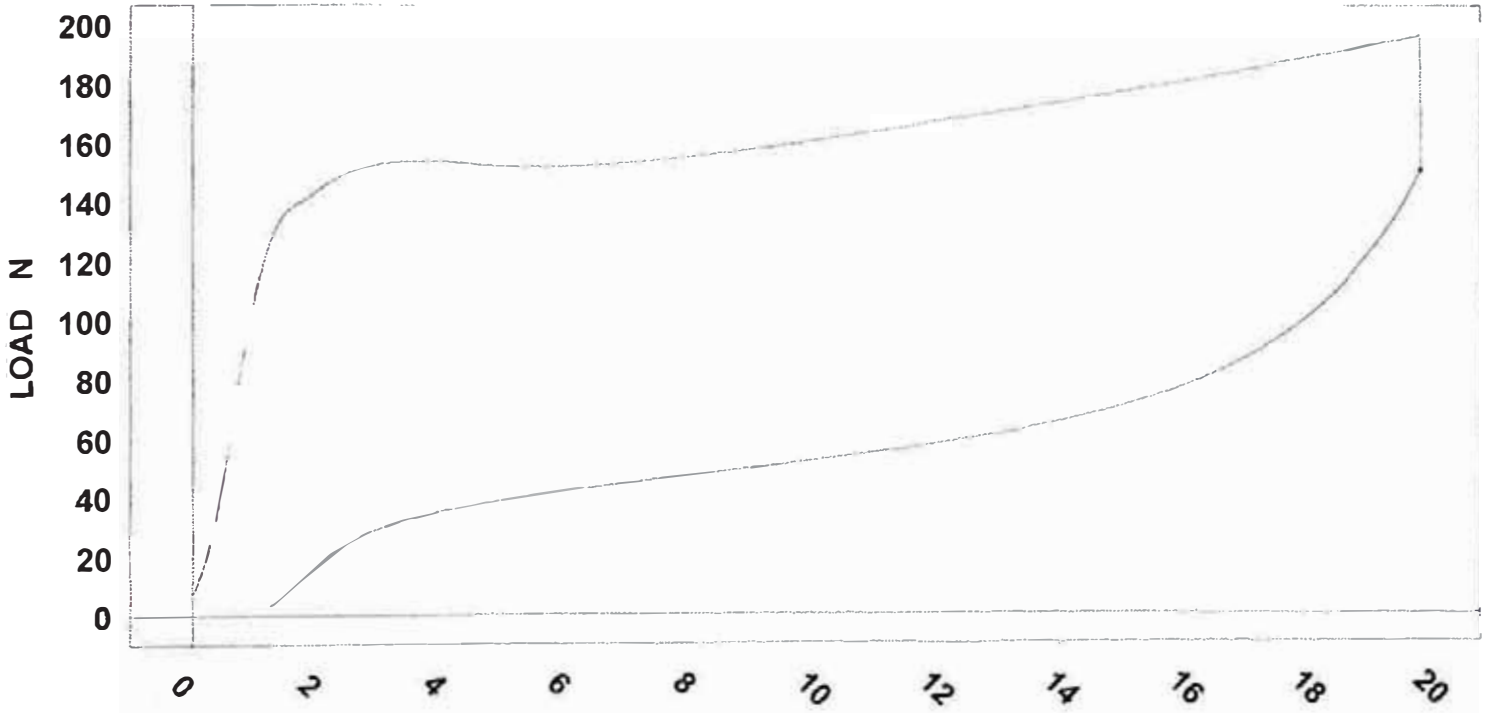
40% Compression

Operator: C.FALCON
Gage Length (mm): No Data Found
Grips:
Lot #: MUESTRA

[SETUP INFORMATION]
Test Speed (mm/min) 50.000
Sample Width (mm): No Data Found
Load Cell:
[SPECIMEN INFORMATION]
Product: D 20 B

Thwing-Albert EJA
Software: MAP 3
Direction: CAL 40%

Sample - 82*



Sample	Force@Trap - N	THICKNESS - mm	YOUNGS MODULUS - MPa
● Sample - 82	150.330	49.497	0.188

UNSPECIFIED

UNSPECIFIED

UNSPECIFIED

ASTM D3574 F

[SETUP INFORMATION]

Operator: C.FALCON
TEAR DISTANCE (mm): 101.600

Test Speed (mm/min) 500.000

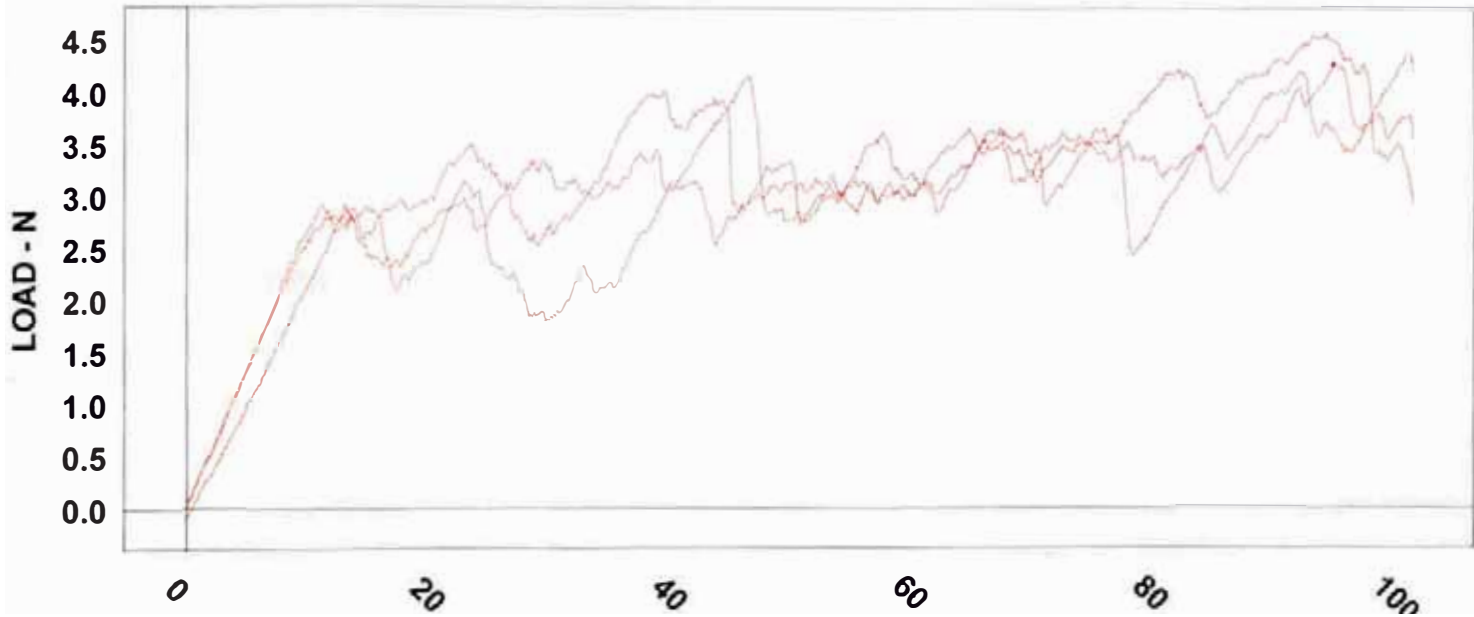
Thwing-Albert EJA
Software: MAP 3

[SPECIMEN INFORMATION]

LOT#: MUESTRA

PRODUCT#: D 20 B

Direction: CAL 40%



POSITION - mm

Sample	High Load N	Tear Strength N/m
● Sample - 11	4.280	176.5
● Sample - 13	4.417	180.7
● Sample - 15	4.593	189.6
*****	*****	*****
Mean	4.430	182.3

UNDEFINED
 UNDEFINED
 UNDEFINED
 ASTM D3574 E

[SETUP INFORMATION]

Operator: C.FALCON

Test Speed (mm/min) 500.000

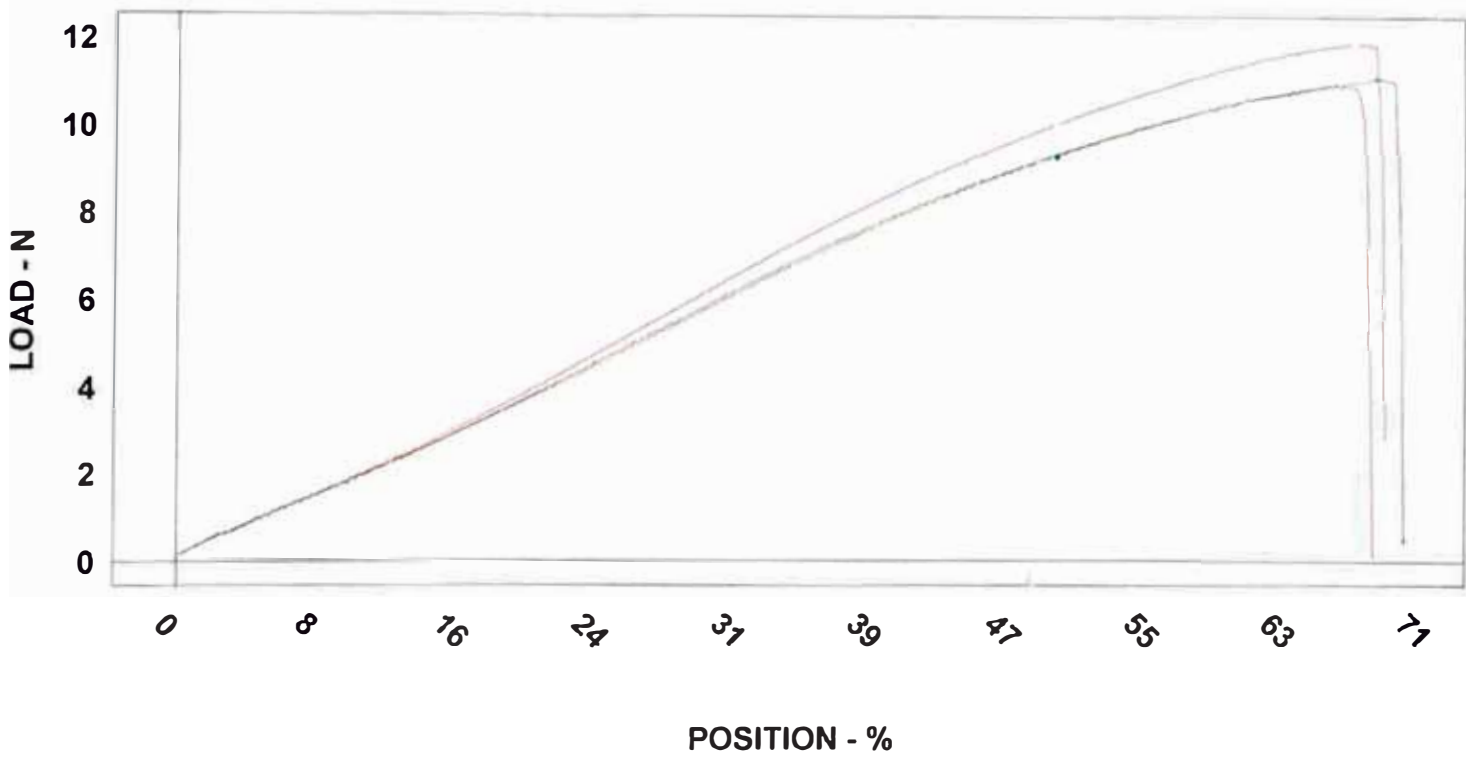
Thwing-Albert EJA

[SPECIMEN INFORMATION]

Lot #: MUESTRA

Product: D 20 B

Direction: CAL 40%



Sample	Thickness- mm	Tensile@Ultimate KPa	Elongation @ Break %	Max Load N	Stress@Elongation Trap - kPa
● Sample - 20	11.98	73.3	70.01	11.15	61.28
● Sample - 21	12.08	71.8	68.23	11.01	61.12
● Sample - 22	12.92	72.9	68.91	11.96	61.38
*****	*****	*****	*****	*****	*****
Mean	12.33	72.7	69.05	11.38	61.26
Std. Dev.	0.52	0.8	0.89	0.51	0.13
Max	12.92	73.3	70.01	11.96	61.38
Min	11.98	71.8	68.23	11.01	61.12