

**SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE ESPUMA RÍGIDA DE POLIURETANO A
PARTIR DE GLICEROL CRUDO Y ESTUDIO DE LA INFLUENCIA DE LAS
VARIABLES DE SÍNTESIS SOBRE SUS PROPIEDADES**

**JESSICA XIMENA CRUZ CARRILLO
GENNY LORENA CALDERÓN CALDERÓN.**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BUCARAMANGA**

2014

**SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE ESPUMA RÍGIDA DE POLIURETANO A
PARTIR DE GLICEROL CRUDO Y ESTUDIO DE LA INFLUENCIA DE LAS
VARIABLES DE SÍNTESIS SOBRE SUS PROPIEDADES**

**JESSICA XIMENA CRUZ CARRILLO
GENNY LORENA CALDERÓN CALDERÓN.**

**Trabajo de grado para optar al título de
Ingeniero Químico**

Director:

**GUSTAVO EMILIO RAMÍREZ CABALLERO
Ingeniero Químico, PhD**

Codirector:

**ALVARO RAMÍREZ GARCIA
Ingeniero Químico, PhD**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BUCARAMANGA**

2014

Dedicatoria

Este trabajo es el fruto de los años de dedicación y esfuerzo que he consagrado a mi carrera profesional, y con todo el cariño y respeto lo dedico:

A Dios, por haberme permitido tener esta maravillosa experiencia en la U9S y por guiarme en cada paso de este proceso, dándome salud, fuerza, paciencia y sabiduría.

A Mi mamá Azucena Calderón, por darme el ejemplo de una gran mujer de valor y grandeza espiritual; por darme su amor y por estar siempre a mi lado brindándome su comprensión y buenos consejos para mi crecimiento personal.

A mi papá Luis Eduardo Calderón, por creer en mí y porque aunque estemos lejos su amor ha sido y es una fuerza de motivación para poder dar este paso en mi vida.

A mis hermanos Carlos Eduardo, Elkin Yesid y Jorge Enrique, por ser unos excelentes hermanos, por su amor fraternal y por todos los momentos que hemos compartido.

A mi nonita Antonia Salinas, por brindarme momentos de alegría, gracias a la grandeza de su persona.

A mi familia y a Vicente Calderón, por el apoyo que me ha dado en cada paso de este proceso. Muchas gracias.

A mi compañera de proyecto Jessica Cruz, por su paciencia, apoyo y por los momentos compartidos.

A mis amig@s, por los momentos compartidos, el apoyo que recibí en ocasiones difíciles, los buenos consejos y deseos.

Al Dr. Gustavo Ramírez por haberme brindado esta oportunidad, por su gran carisma y positivismo en cada etapa de este proceso.

También está dedicado a todas las personas que me brindaron su apoyo, sabiduría y tiempo para que mi carrera profesional y este proyecto pudieran realizarse.

“Solo dos legados duraderos podemos dejar a nuestros hijos: Uno, raíces; el otro, alas” Hodding Carter

Genny Lorena Calderón Calderón

¡Las palabras nunca alcanzan, cuando lo que hay que decir desborda el alma!

Dedicado:

A Dios mi padre, por demostrarme en todo momento su infinito e inmerecido amor, por estar cada día a mi lado. Sólo pido que no permitas que me aparte de Tí, para que cada paso que dé Tú lo des conmigo. Toda la gloria sea para Dios. Tú eres el amigo que nunca falla, el que nunca me abandona.

A la virgen, María abogada y antecesora eficaz, por su inmenso amor, y continua compañía.

A mis padres Luz Marina Carrillo Suarez y José R Cruz Carrillo, por su esfuerzo cada día para darme lo mejor, por mostrarme con su ejemplo que lo más importante es la relación que se tiene con Dios, por sus virtudes infinitas y grandes corazones que me llevan a admirarlos cada día más. Gracias por sus oraciones y amor, por creer en mí, por darme la oportunidad de crecer y lograr este triunfo, por sus consejos a lo largo de mi vida que han servido de formación profesional y personal, son y serán siempre mi orgullo y mi fortaleza. A ellos mi más sincero respeto, cariño, gratitud y amor, esto va por ustedes, los amo.

A mi hermana Jeniffer y mi prima Katherine, por quererme incondicionalmente, por aceptarme como soy, por orar por mí, por tantos momentos de alegrías y tristezas, por estar presente en cada etapa de mi vida, Gracias!! Gracias Dios por concederme la mejor de las hermanas. Porque este sueño no es solo mío, es de las tres.

Dios ha sido infinitamente bueno por regalarme la mejor familia de todas!

A Andrés Rojas, has sido y serás mi mayor bendición, gracias por estar siempre con mígo, por ser mi mejor amigo, mi confidente, mi apoyo y ese instrumento de Dios para mostrarme su amor!, mil gracias por tu paciencia, tu amor, tu incondicionalidad, tu comprensión, por llenar mi vida de alegría... sólo me queda por decir que TE AMO! Este triunfo es de los dos que alegría compartir este logro a tu lado. Sin tí este momento tan feliz no sería perfecto

A mi mejor amiga Ana Malagón iniciamos este sueño juntas y has estado presente en tantos momentos importantes de mi vida... gracias por tu amistad incondicional, tu tiempo, confianza, respeto y tu sinceridad. Dios te premie por ser esa personita tan especial, llenando tu vida de felicidad y muchos triunfos. Que nuestra amistad sea eterna. Te quiero mucho.

A verdaderos amigos que cultivé durante éste tiempo, y a quienes auguro un futuro brillante y victorioso, Oscar y Mae empezamos este sueño juntos y aunque tenemos caminos diferentes siempre serán una bendición, que privilegio tenerlos como amigos.

A mi amiga y excelente compañera de tesis Genny Calderón con quien he compartido momentos difíciles y logros en todo este tiempo de amistad, gracias por tu apoyo, por tu preocupación y por estar ahí en este proceso. Te deseo mil éxitos en esta nueva etapa que comenzamos. Siempre podrás contar conmigo.

A toda mi familia, mi nonita Carmen y mi nono Rosendo, mis tías, tíos, primas y primos y a quienes desde el cielo sé que están orgullosos, mi nonito Jesús y mi nona Rosa, los quiero mucho, gracias por sus buenos deseos.

A el Dr Gustavo E Ramirez nuestro director, por su sabia dirección, apoyo, por sus excelentes consejos que nos llevaron a realizar este proyecto, profe mil gracias porque más que un profesor un amigo.

Jessica Ximena Cruz Carrillo

AGRADECIMIENTOS

A la Universidad Industrial de Santander, su Escuela de Ingeniería Química y cada uno de los profesores que hacen parte de ella, por todos los conocimientos y valiosas enseñanzas brindadas durante éste tiempo.

A nuestro director, Dr Gustavo Ramírez, por toda su guía, paciencia, apoyo incondicional, dedicación, tiempo y consejos durante la realización de éste proyecto.

A Rafael Antonio Peñaloza Mogollón, técnico de mecánica industrial, por su buena disposición y colaboración en los momentos que necesitamos su ayuda.

Al ingeniero Jesús Manuel Mendoza, director de mantenimiento tecnológico por su interés y buena voluntad que mostro con el desarrollo de este proyecto.

A Pedro Caldas, técnico de la división de mantenimiento tecnológico, por brindarnos todos sus conocimientos y recomendaciones para el buen desarrollo de nuestra tesis.

Al grupo de polímeros por su constante acompañamiento y por el interés demostrado dándonos buenos consejos para mejorar constantemente.

A los técnicos de laboratorio Luis Eduardo Carreño y Wilson Eduardo Carreño, por su tiempo, apoyo y porque siempre nos tendieron la mano cada vez que lo necesitamos.

A todas las personas que de una u otra manera estuvieron presentes en este proceso brindándonos su apoyo para poder culminar con éxito esta etapa de nuestras vidas.

A nuestros amigos con quienes empezamos este sueño y hemos compartido tantos momentos en cada etapa de este proceso, apoyándonos en situaciones difíciles y celebrando fechas importantes. Llenando esta etapa de experiencias y anécdotas inolvidables. Juntos creamos fuertes lazos de amistad. Sin importar en dónde estén queremos darles las gracias por formar parte de nuestras vidas, por todo lo que nos han brindado y por todas sus bendiciones.

TABLA DE CONTENIDO

INTRODUCCIÓN	17
1. MARCO TEÓRICO	19
1.1 Glicerol crudo.....	19
1.2 Isocianato.....	19
1.3 Espumas de poliuretano	20
1.3.1 Etapas de reacción en la producción de espuma rígida de poliuretano.....	20
1.4 Aislante térmico	23
1.5 Transferencia de calor	23
2. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL.....	26
2.1 Revisión bibliográfica	26
2.2 Pruebas preliminares	27
2.3 Diseño de experimentos	28
2.4 Síntesis de la espuma rígida de poliuretano	29
2.5 Caracterización de la espuma de poliuretano.....	29
2.5.1 Prueba de conductividad térmica relativa	30
2.5.2 Porosidad.....	31
2.5.3 Dureza	32
2.5.4 Densidad aparente.....	32
2.5.5 Análisis termogravimétrico (TGA).....	33
2.5.6 Espectroscopia infrarroja (IR)	33
2.6 PRUEBA ESTADÍSTICA ANOVA	33
3. RESULTADOS Y ANÁLISIS	34
3.1 Caracterización	34
3.1.1. Comparación de los coeficientes de conductividad térmica relativa entre el PUR sintetizado (muestra b) y el PUR comercial por proyección.	35
3.2 Efectos de los factores de síntesis sobre las propiedades	38

3.2.1 Conductividad térmica aparente	38
3.2.2 Porosidad, densidad aparente y dureza	39
4. CONCLUSIONES	41
5. RECOMEDACIONES	42
5. CITAS BIBLIOGRÁFICAS	43
BIBLIOGRAFÍA.....	47
ANEXOS.....	49

LISTA DE TABLAS

Tabla 1. Propiedades de las espumas rígidas de poliuretano.....	34
Tabla 2. Compuestos presentes en la muestra de espumas de poliuretano 3b	38
Tabla 3. Cantidad de cada reactivo de acuerdo al porcentaje volumétrico de Agua	51
Tabla 4. Resultados de pruebas preliminares.....	52
Tabla 5. Nivel alto y bajo de los factores a estudiar.....	53
Tabla 6. Diseño factorial 2K	53
Tabla 7. Variables respuesta del diseño factorial 2^3	55
Tabla 8. Resistencia térmica del PUR a diferentes temperaturas y espesores	56

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Reaccion de gelación.....	21
Figura 2. Reacción de soplado	21
Figura 3. Reacciones secundarias presentes en la síntesis del PUR a partir del diisocianato.....	22
Figura 4. Cilindro concéntrico expuesto a un flujo de calor q	25
Figura 5. Metodología experimental para la síntesis del PUR a partir de glicerol crudo y estudio de la influencia de las variables de síntesis en sus propiedades..	26
Figura 6. Montaje usado para la elaboración del PUR.....	27
Figura 7. Diseño para cálculo de la constante de conductividad, k	30
Figura 8. Comportamiento de los coeficientes de conductividad térmica de la espuma b sintetizada y de una de tipo comercial.	35
Figura 9. Espesores del PUR de la espuma b sintetizada y una espuma de tipo comercial, necesarios para aislar desde temperaturas de 50°C, 100°C y 150°C hasta una temperatura final de 28°C	36
Figura 10. Diagrama termogravimétrico del PUR	36
Figura 11. Espectro infrarrojo del PUR	37
Figura 12. Diagrama de Pareto estandarizado para la k a 150°C, 100°C y 50°C..	38
Figura 13. Diagrama de Pareto estandarizado para la porosidad, densidad aparente y dureza del PUR.....	39

LISTA DE ANEXOS

Anexo A. Propiedades físico-químicas de reactivos	49
Anexo B. Cálculo de la cantidad de reactivos, fijada la relación NCO/OH de 1:1..	50
Anexo C. Resultado de las pruebas preliminares bajo diferentes condiciones	52
Anexo D. Diseño de experimentos.....	53
Anexo E. Cálculo de la constante de conductividad y resistencia térmica relativa del PUR	54
Anexo F. Variables respuestas para el análisis de anova.....	55
Anexo G. Resistencia térmica a diferentes grosores del PUR y a 3 temperaturas de trabajo.....	56

RESUMEN

TITULO: SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE ESPUMA RÍGIDA DE POLIURETANO A PARTIR DE GLICEROL CRUDO Y ESTUDIO DE LA INFLUENCIA DE LAS VARIABLES DE SÍNTESIS SOBRE SUS PROPIEDADES*.

AUTORES:

JESSICA XIMENA CRUZ CARRILLO^{1**}
GENNY LORENA CALDERÓN CALDERÓN

PALABRAS CLAVES: Espuma de Poliuretano, Glicerol Crudo, Aislante Térmico.

DESCRIPCIÓN:

Actualmente debido a la alta producción de glicerol crudo como producto secundario de la industria de biodiesel, se ha visto en este co-producto una oportunidad para la investigación de la síntesis de nuevos materiales de mayor valor agregado. En este trabajo de investigación se realizó la síntesis y caracterización de espuma rígida de poliuretano (PUR) a partir de glicerol crudo, y se estudiaron los efectos que tienen las condiciones de síntesis en las propiedades finales del PUR. Los factores evaluados fueron: cantidad de agua como agente espumante, temperatura de curado y tiempo de reacción entre el glicerol crudo y el diisocianato. Las variables de respuesta evaluadas en el diseño de experimento fueron: dureza, porosidad, conductividad térmica relativa, densidad aparente y se hicieron análisis de espectro infrarrojo (IR) y análisis termo-gravimétrico (TGA). Según los resultados que se obtuvieron, la temperatura de curado fue la variable con mayor influencia sobre las propiedades medidas; a una temperatura de curado de 120°C se observa mayor porosidad y dureza del PUR, mientras que la conductividad térmica y la densidad disminuyen; otro factor que se destaca es el porcentaje volumétrico de agua: a un valor de 4% se observa que la conductividad térmica relativa y la densidad aparente disminuyen, en propiedades como la porosidad y la dureza no se considera influyente. Con el tiempo de gelación de 10min la conductividad térmica relativa y la densidad aparente aumentan, mientras que la porosidad del PUR disminuye; en propiedades como la dureza no fue un factor importante.

* Trabajo de grado.

** Facultad de Ingenierías Físico-Químicas. Escuela de Ingeniería Química. Director PhD. Gustavo Emilio Ramírez Caballero. Codirector PhD. Alvaro Ramirez Garcia.

ABSTRACT

TITLE: SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF RIGID POLYURETHANE FOAM FROM CRUDE GLYCEROL AND STUDY OF THE INFLUENCE OF THE VARIABLES OF SYNTHESIS ON THEIR PROPERTIES *

AUTHORS:

JESSICA XIMENA CRUZ CARRILLO^{2**}
GENNY LORENA CALDERÓN CALDERÓN

KEYWORDS: Polyurethane Foam, Crude Glycerol, Thermal Insulation.

DESCRIPTION:

Currently due to high production of crude glycerol as a byproduct of the biodiesel industry, this co-product has been seen like an opportunity for investigating the synthesis of new materials with higher added value. In this research the synthesis and characterization of rigid polyurethane foam (PUR) from crude glycerol was performed, and the effects of synthesis conditions on the final properties of PUR were studied. Factors assessed were: amount of water as blowing agent, curing temperature and time of reaction between the diisocyanate and crude glycerol. Response variables evaluated in the design of the experiment were: hardness, porosity, relative thermal conductivity bulk density and were made infrared spectral analysis (IR) and thermogravimetric analysis (TGA). According to the results obtained the curing temperature was the variable with the greatest influence on the measured properties; to a curing temperature of 120 °C and hardness greater PUR porosity is observed, while the thermal conductivity and the density decreases, another factor that stands out is the volume fraction of water; to a value of 4% is observed a decrease in the relative thermal conductivity and bulk density, in properties such as porosity and harshness it isn't influential. For a gelation time of 10min, the relative thermal conductivity and bulk density increased while the porosity of PUR decreases; in properties such as hardness it was not a important factor.

* Graduation Project to qualify for the degree in chemical engineering.

** Faculty of Physical and Chemical Engineering. Chemical Engineering Department. Director PhD. Gustavo E. Ramírez. Codirector PhD. Alvaro Ramirez Garcia.

INTRODUCCIÓN

El glicerol crudo es el principal subproducto en la industria de biodiésel y equivale al 10% (p/p) de la producción [1]. En el año 2012 en Colombia se produjeron 489.991 toneladas de biodiésel y 48.999 toneladas de glicerol crudo [2] y se estima que para el año 2020 su producción sea seis veces mayor que la demandada. La sobreproducción de glicerol ha generado una sobreoferta ocasionando la caída del precio, a tal punto que se considera desecho industrial, afectando negativamente la economía de los productores de biodiésel [3]. Aunque el glicerol crudo puede aprovecharse energéticamente como combustible, resulta más ventajoso transformarlo en productos de alto valor agregado [4]. Se han encontrado varias rutas de transformación de glicerol hacia nuevos productos [5].

La espuma rígida de poliuretano (PUR) generalmente se obtiene mediante la reacción entre un polioliol (grupos funcionales hidroxilo) y un isocianato (grupo funcional isocianato) para formar grupos uretano. Las características finales del material se obtienen agregando agua. El agua reacciona con el isocianato formándose como producto de la reacción gas carbónico, obteniéndose así el espumado [6]. Las características más relevantes del PUR comercial son: conductividad térmica, densidad, porosidad, dureza, resistencia mecánica, estabilidad química tanto en altas y bajas temperaturas y, según sus propiedades, puede satisfacer los requisitos internacionales establecidos para la seguridad industrial. Las aplicaciones más comunes que se dan a este material son revestimientos de: vehículos refrigerados por carretera, vagones cisterna, buques para carga refrigerada, tuberías, tanques de gas licuado para GLP (gas licuado de petróleo) y GNL (gas natural licuado) [7].

Se han realizado estudios para las síntesis del PUR a partir de aceite de ricino modificado con poliglicerol [8], a partir de aceites vegetales como el aceite de colza [9]; sin embargo, una alternativa bastante interesante y que no ha sido

considerada en estudios anteriores, consiste en la producción de espumas rígidas de poliuretano a partir de glicerol crudo como polioliol y diisocianato difenilmetano polimérico (PMDI) como isocianato. Por tanto, el objetivo de esta investigación es la síntesis del PUR utilizando el glicerol crudo, PMDI y agua como agente espumante y estudiar los efectos que causan las condiciones de síntesis sobre sus propiedades.

En este trabajo de investigación se sintetizó PUR a partir de glicerol crudo y de PMDI. Se implementó un diseño factorial 2^k . Las variables de proceso que se tuvieron en cuenta para analizar su influencia sobre las propiedades finales del PUR fueron: tiempo de reacción, cantidad de agua y tiempo de curado. Se evaluaron algunas propiedades como porosidad, densidad aparente, dureza, conductividad térmica relativa utilizando un diseño experimental de tubos concéntricos y se realizó un análisis termogravimétrico (TGA).

Esta tesis de investigación se divide en cinco secciones; empieza con el marco teórico, donde se presentan las propiedades de los reactivos utilizados en la producción del PUR, la clasificación de las espumas según su densidad, se describen las reacciones que se llevan a cabo en el proceso de la síntesis del PUR, se menciona las características de los aislantes térmicos y se explica el proceso de transferencia de calor unidimensional en un sistema de cilindros concéntricos. En la segunda sección se describe la metodología experimental partiendo de un diseño experimental para realizar la síntesis del PUR y su posterior caracterización. En las siguientes secciones se presenta el análisis de resultados, las conclusiones y las recomendaciones que se han considerado relevantes para tener en cuenta en posteriores investigaciones.

1. MARCO TEÓRICO

1.1 Glicerol crudo

El glicerol”, 1,2,3 propanotriol de fórmula química $C_3H_8O_3$, también conocido como “glicerina”, es un trialcohol que posee dos grupos hidroxilo primarios y uno secundario [10], se genera principalmente como subproducto en la elaboración de biodiésel mediante el proceso de transesterificación de aceites vegetales o grasas animales con metanol. En este proceso se genera una gran cantidad de glicerol crudo como subproducto, del orden de 10 Kg por cada 100 Kg de ésteres metílicos, lo que supone el 10 % del biodiésel producido.

El glicerol crudo consiste básicamente en propanotriol(40-88%p), agua(5-8%p) y proporciones variables de impurezas como metanol, sales de sodio provenientes del catalizador ésteres, triglicéridos, ácido palmítico y pequeñas cantidades de Ca, K, Mg, Na, P, y S. La composición del glicerol depende de la calidad del aceite, del proceso químico y la purificación utilizados para la obtención del biodiésel. En forma cruda, el glicerol tiene una amplia variedad de aplicaciones [10] [11] [12] [13]. Algunas propiedades físicas del glicerol sirven como referencia para caracterizar sus diferentes grados de pureza [14].

1.2 Isocianato

Los isocianatos son los compuestos que están provistos de grupos funcionales isocianato(-NCO). El diisocianato usado es el denominado rubinate ® 5005 / suprased ® 5005, isocianato para sistemas de poliuretano, suministrado por Huntsman. Es un diisocianato difenilmetano polimérico (PMDI) que está compuesto por la mezcla de MDI y otros isómeros de MDI (2,4-, 2,2-) y un alto peso molecular de oligómeros [15] [16], se usa para producir espumas rígidas de

poliuretano, para muy diversas aplicaciones. Es un líquido marrón con un olor levemente aromático [15].

1.3 Espumas de poliuretano

Las espumas rígidas de poliuretano (PUR) se forman por la reacción entre compuestos polihidroxilicos y poliisocianatos [17]. La reacción que se produce entre el isocianato y el agua libera dióxido de carbono, que en su evaporación forma las burbujas que producen las celdas cerradas que forman la espuma. De acuerdo al uso que se le desea dar a la PUR, necesita de otros aditivos para lograr las características finales. Las espumas de poliuretano tienen variadas aplicaciones desde la industria de la construcción hasta la de alimentos [18].

Las espumas de poliuretano rígidas de baja densidad son polímeros altamente reticulados con una estructura de celdas esencialmente cerrada y un intervalo de densidad de 28 a 50 kg/m³ (sólo aproximadamente el 3% del volumen es materia sólida). Las células de la espuma son de paredes cerradas, que detienen de forma efectiva el flujo de gas a través de la espuma de poliuretano.

Las espumas de poliuretano rígidas de alta densidad son las que poseen densidades por encima de 100 kg/m³. Hay dos tipos: de celda abierta y densidad total de hasta aproximadamente 450 kg/m³ y con celda principalmente cerrada o núcleo microcelular con una densidad total superior a 500 kg/m³.

1.3.1 Etapas de reacción en la producción de espuma rígida de poliuretano

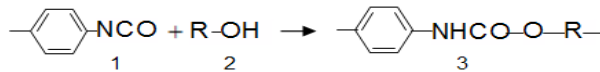
En la síntesis de un poliuretano son muchas las variables que se deben controlar para la obtención de un producto adecuado a las aplicaciones requeridas. Entre esas variables se incluyen la optimización de las cantidades relativas de los

reactivos, las variaciones en la funcionalidad del polioliol y el proceso de mezclado de los reactivos, entre otras.

Los poliuretanos resultan de la condensación de un poliisocianato con un polioliol, en presencia de otros reactivos. Durante el proceso de policondensación, se producen reacciones químicas que dan origen a diversos enlaces [19]. El proceso de síntesis de PUR se lleva a cabo en 3 etapas.

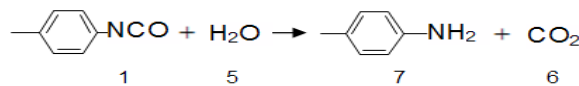
En la primera etapa, la reacción denominada de “gelación” (figura 1), ocurre entre los grupos isocianato(1) e hidroxilo(2) y constituye un proceso de polimerización, del cual resulta un polímero entrecruzado(3) (grupo uretano) [20].

Figura 1 . Reaccion de gelación



En la segunda etapa, la reacción llamada de “soplado” tiene lugar entre dos grupos isocianato y una molécula de agua(5), generándose dióxido de carbono(6) y un polímero de urea(7), como se muestra en la figura 2.

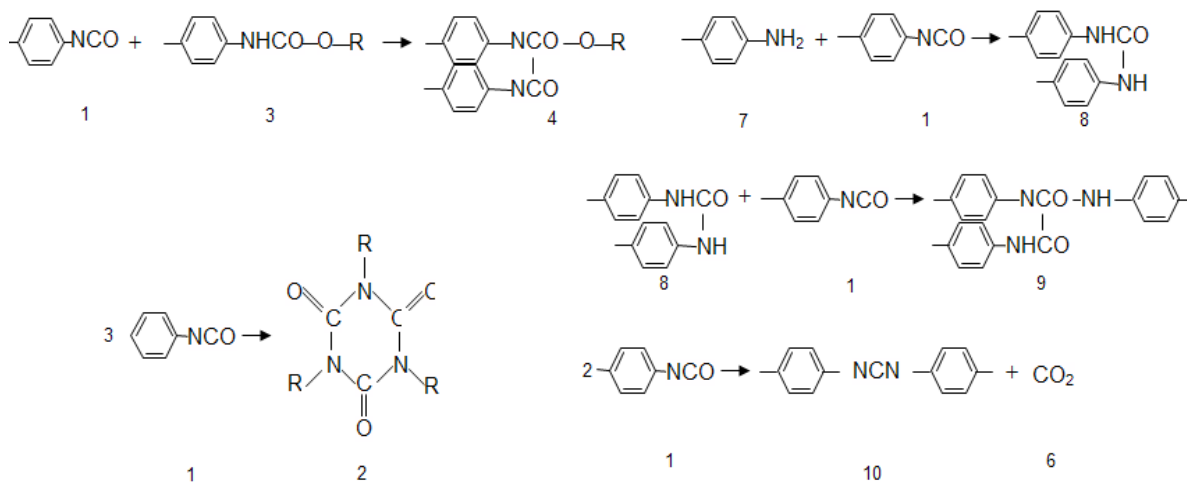
Figura 2. Reacción de soplado



En la tercera etapa, llamada “curado”, la espuma rígida de poliuretano es llevada a un horno, para dejarlo curar por un tiempo de 4 horas, dependiendo de su composición. En esta etapa el CO_2 procedente de la reacción 2 es el encargado de crear burbujas dentro del poliuretano, y al ascender dentro del material crea los poros. La mayoría de los poros de la espuma serán cerrados debido a que las burbujas de CO_2 quedan encerradas dentro del material. [20]

En el proceso se producen reacciones secundarias que contribuyen con las propiedades finales del PUR [7], como se observa en la figura 3. Todas las reacciones tienen como reactivo el diisocianato que reacciona con los grupos que se van formando, desatando una cadena de reacciones.

Figura 3. Reacciones secundarias presentes en la síntesis del PUR a partir del diisocianato.



En las reacciones se representa la formación de compuestos como alofanato(4); urea simétrica(8), biureta(9), carbodiimida(10) y la formación de isocianurato(2). Algunas propiedades finales de la espuma dependen de las reacciones secundarias. Por ejemplo, la dureza (capacidad de soportar carga) de la espuma depende fundamentalmente de la cantidad de urea di-sustituída presente en el polímero y, en menor grado, de la presencia de estructuras de alofanatos de biuretas. Al aumentar el porcentaje volumétrico de agua en la formulación incrementa la dureza de la espuma como consecuencia de la formación de agregados de urea, pero al mismo tiempo se incrementa la fragilidad del material.

1.4 Aislante térmico

Existen materiales con baja conductividad térmica considerados materiales aislantes térmicos; sin embargo, no hay un aislante térmico perfecto. Los materiales usados como aislantes térmicos se caracterizan por tener un coeficiente de conductividad térmica (k) bajo. Algunos son empleados a la vez como aislante acústico.

Los aislantes térmicos deben tener cualidades complementarias en función de los imperativos de su colocación como incombustibilidad o, por lo menos, no inflamabilidad, buena resistencia mecánica, ausencia de propiedades corrosivas para los materiales con los que el aislante está en contacto, estabilidad física y química, flexibilidad o rigidez según la estructura portante, estética si el producto queda a la vista, y precio en relación con el servicio que presta. Los aislantes se pueden clasificar según la naturaleza del material que los componen, esta clasificación permite conocer cuáles son mejores aislantes [21].

Los aislantes térmicos pueden ser materiales inorgánicos u orgánicos. Los materiales orgánicos pueden ser sintéticos o naturales y entre los sintéticos se encuentra la espuma de poliuretano. El PUR tiene una baja conductividad térmica con respecto a otros materiales; resistencia a los bitúmenes calientes y al envejecimiento; no se pudre; no tiene ninguna absorción capilar; le afectan los rayos UVA; alto grado de dilatación longitudinal, la acción conjunta del calor y la humedad hace que se tuerza, por lo que deben mantenerse secos durante su almacenamiento [22].

1.5 Transferencia de calor

La transferencia de calor es el flujo de energía térmica que puede ocurrir entre cuerpos, como resultado de una diferencia de temperatura; puede ocasionarse por

tres procesos la conducción, la convección y la radiación. En este trabajo el mayor interés fue conocer la transferencia de calor por conducción.

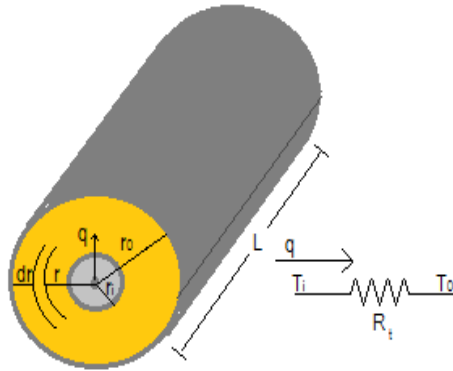
$$q = -kA \frac{\partial T}{\partial x} \quad (1)$$

La ecuación (1) relaciona el calor transferido con la variación de la temperatura con respecto a la dirección x , el área del material en donde se transfiere el calor y la conductividad térmica k del material. La conductividad térmica tiene las unidades de watts por metro por grado Celsius cuando el flujo de calor está expresado en watts, incluyéndose una rapidez de calor de manera que el valor numérico de la conductividad térmica indica qué tan rápido fluirá en un material dado. Los valores de k son propios de cada material y varían con la temperatura de trabajo.

Esta ecuación describe matemáticamente la ley de conducción de calor de Fourier. Basándose en esta definición, se pueden realizar mediciones experimentales para determinar la conductividad térmica de diferentes materiales. En este trabajo se calculó la conductividad térmica de las espumas rígidas sintetizadas considerando que la conducción de calor se daba en solo una dimensión siguiendo la ley de Fourier. El sistema donde se llevó a cabo la estimación de la conductividad térmica fue en un sistema cilíndrico.

Por razones prácticas, en algunas ocasiones se puede considerar que la transferencia de calor descrita matemáticamente por la ley de Fourier se da en una sola dirección, este es el caso de los sistemas cilíndricos; donde la temperatura es función de la distancia radial y es independiente del ángulo acimutal o de la distancia axial [23]. Considérese un cilindro como el de la figura 4 con radio interno r_i , radio externo r_o , longitud L , expuesto a una diferencia de temperaturas $T_i - T_o$ y con un área para el flujo de calor $A = 2\pi rL$. Se puede suponer que el calor fluye en una dirección radial, de manera que r es la única coordenada espacial necesaria para especificar el sistema [23].

Figura 4. Cilindro concéntrico expuesto a un flujo de calor q .



Así la ley de Fourier, aplicando condiciones de frontera, está representada por la ecuación (2), y la resistencia térmica se describe en la ecuación (3).

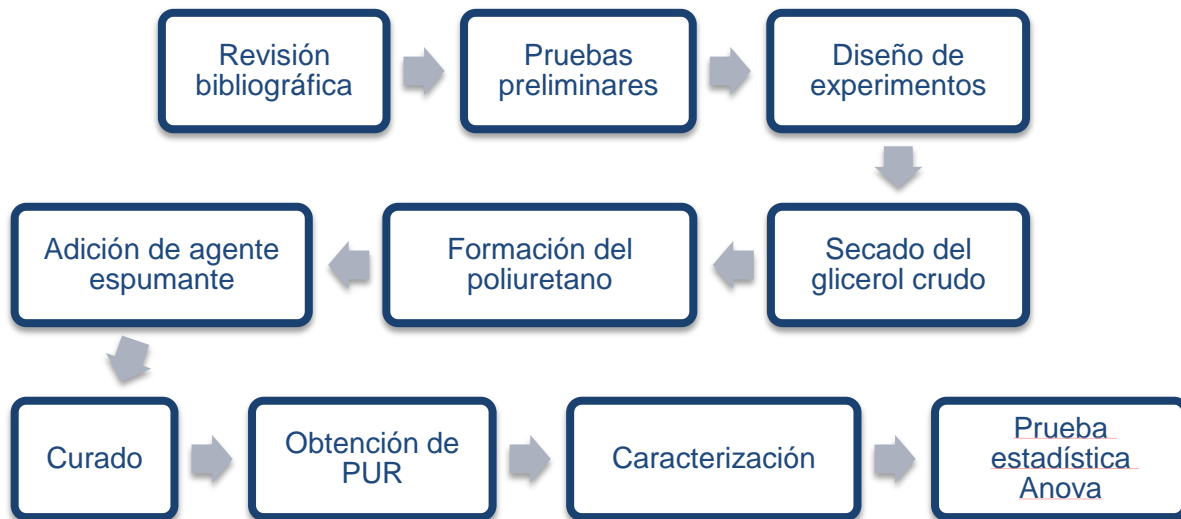
$$q = \frac{2\pi kL(T_i - T_o)}{\ln\left(\frac{r_o}{r_i}\right)} \quad (2)$$

$$R_t = \frac{\ln\left(\frac{r_o}{r_i}\right)}{2\pi kL} \quad (3)$$

2 METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

En la figura 5 se representan las etapas que se desarrollaron para cumplir el propósito de esta investigación.

Figura 5. Metodología experimental para la síntesis del PUR a partir de glicerol crudo y estudio de la influencia de las variables de síntesis en sus propiedades.



2.1 Revisión bibliográfica

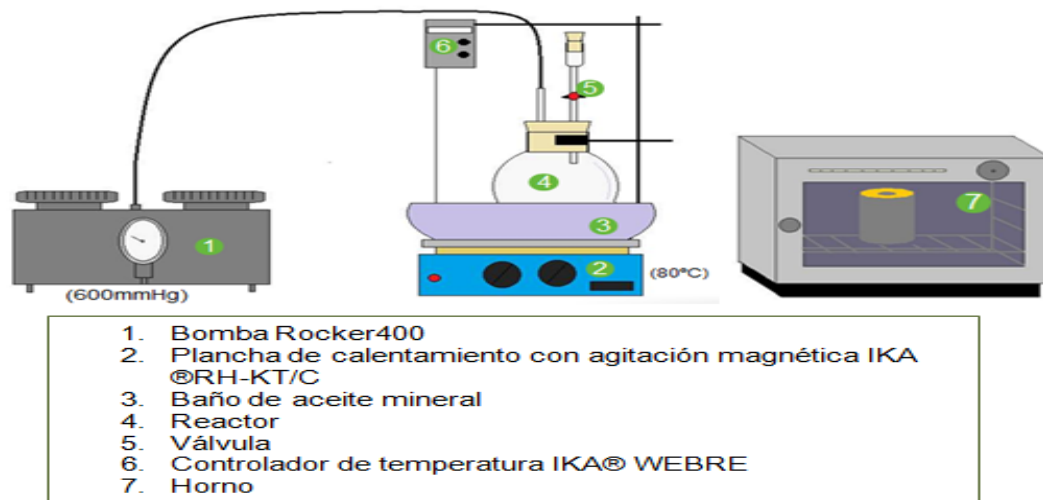
En esta etapa se consultó documentación comercialmente disponible acerca de las propiedades que presentan las espumas de poliuretano con aplicación industrial [24]. De acuerdo a las propiedades del glicerol crudo y del diisocianato PMDI consultadas (**Anexo A**), se encontraron las cantidades de reactivos manteniendo una relación de NCO/OH de 1:1 [25] (**Anexo B**).

Finalmente se establecieron los protocolos de las pruebas de caracterización siguiendo la normativa ASTM (American Society for Testing and Materials), se ajustaron según los equipos disponibles para la caracterización y según las propiedades que se querían analizar.

2.2 Pruebas preliminares

Para la síntesis de la espuma rígida de poliuretano se diseñó el proceso en base al empleado por el Grupo de Polímeros de la UIS para fabricación de poliuretanos. El montaje se ilustra en la figura 6.

Figura 6. Montaje usado para la elaboración del PUR



El protocolo empleado para la síntesis de espumas de poliuretanos fue el siguiente: Primero se realizó la rotoevaporación del glicerol crudo, con el fin de eliminar el contenido de agua presente, esto se hace para tener control de la cantidad de agua que más adelante estará presente en la reacción. Este proceso se llevó a cabo en un rotoevaporador-210 BUCHI, a una temperatura de 80°C y una presión de 700mbar, durante 2 horas. Posteriormente, se fijaron las condiciones de reacción: presión de trabajo a 600mmHg, temperatura de trabajo a 80°C y agitación 1000rpm en la plancha de calentamiento. A continuación se adicionó el glicerol crudo y seco al reactor, dejándolo a estas condiciones durante 5min, para eliminar la humedad que posiblemente pudo adquirir durante su almacenamiento y precalentarlo para las condiciones de reacción. Transcurrido 5min se adiciono el diisocianato, y se dejó reaccionar durante 5min; luego se suspendió la acción de la bomba, y se adicionó el agua, que actúa como agente

espumante. La bomba se suspendió para evitar que los gases procedentes de la segunda reacción (CO_2) sean eliminados del reactor.

El siguiente paso fue verter el material obtenido en una probeta, para llevarlo a curado, donde terminaron de ocurrir las reacciones y, en consecuencia la formación de la espuma rígida de poliuretano.

Buscando las posibles condiciones a las que se obtendría espuma rígida de poliuretano se realizaron pruebas donde se varió: la temperatura de curado, el porcentaje volumétrico de agua, el tiempo de gelación (tiempo de reacción existente entre el diisocianato y el glicerol en el reactor), la agitación y el tiempo de curado y se encontró que a ciertas condiciones no se producían espumas **(Anexo C)**.

Realizadas estas pruebas se concluyó que la agitación y el tiempo de curado son condiciones fijas para la producción de la espuma rígida de poliuretano, y las variables más significativas con las cuales se realizó el diseño de experimentos fueron: la temperatura de curado, el tiempo de gelación y el porcentaje volumétrico de agua.

2.3 Diseño de experimentos

Teniendo los resultados de las pruebas preliminares, se realizó un diseño de experimentos, utilizando un diseño factorial 2^k . En este caso K tomo un valor de 3. Los factores a estudiar fueron: temperatura de curado, tiempo de gelación y el porcentaje volumétrico de agua **(Anexo D)**. Se hicieron tres replicas con el objetivo de hacer un análisis Anova, de tal manera que se determinó la influencia de las variables en las principales propiedades de la espuma rígida de poliuretano tales como porosidad, dureza, densidad aparente y conductividad térmica relativa.

2.4 Síntesis de la espuma rígida de poliuretano

La síntesis de la espuma rígida de poliuretano es un proceso que se llevo a cabo en 3 etapas a las siguientes condiciones.

En la primera etapa, la reacción denominada de “gelación” (figura 1), ocurre entre el glicerol crudo y seco (grupo hidroxilo) con el diisocianato (PMDI) en el reactor, para producir el poliuretano. Al ser el glicerol un triol de cadena corta, permite que los enlaces estén cerca y por esta razón aporta al poliuretano la rigidez en su estructura. Las condiciones de operación de esta etapa son: el reactor a 80°C, la presión de operación de la bomba a 600mmHg y agitación de 1000rpm.

En la segunda etapa, la reacción llamada de “soplado” tiene lugar entre el diisocianato y agua, generándose dióxido de carbono y un polímero de urea (figura 2). Las condiciones de operación de esta etapa fueron: el reactor a 80°C, se suspendió la acción de la bomba para trabajar a presión atmosférica, y con agitación de 1000rpm.

En la tercera etapa, llamada “curado”, se llevó el material resultante al horno para dejarlo curar durante 4 horas. En esta etapa el CO_2 procedente de la reacción 2 al ascender dentro del material crea los poros.

2.5 Caracterización de la espuma de poliuretano

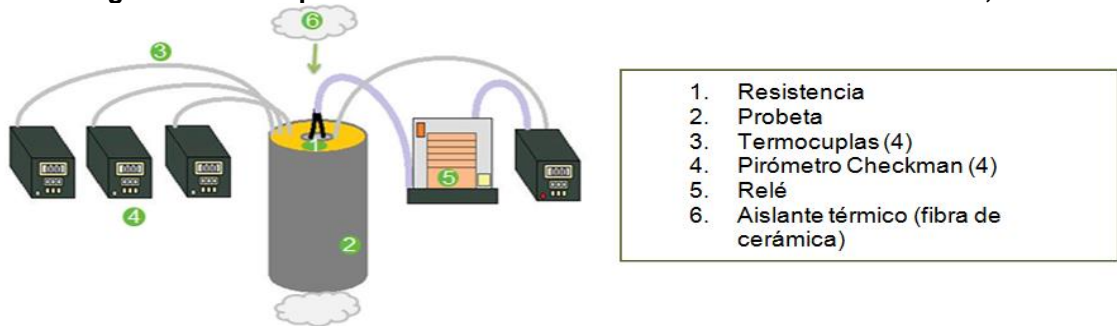
A las espumas rígidas de poliuretano se le hallaron las propiedades que usualmente son reportadas en la literatura y que suelen ser las que las identifican. Estas propiedades fueron: conductividad térmica relativa, análisis termogravimétrico (TGA), análisis infrarrojo (IR), dureza, densidad relativa, y porosidad.

2.5.1 Prueba de conductividad térmica relativa

Ésta prueba se realizó con el fin de conocer la constante de conductividad térmica relativa del PUR a 3 temperaturas diferentes de trabajo, 50°C, 100°C y 150°C. Se realizó el diseño utilizando los fundamentos de la ley de Fourier, para coordenadas cilíndricas y se consideró un flujo unidimensional en dirección radial (considerado despreciable el flujo calor en dirección axial). Se tomó la temperatura a 3 distancias diferentes puesto que el material es poroso y no es uniforme.

Para la determinación de la conductividad térmica, según las condiciones indicadas, se utilizó el montaje representado en la figura 7.

Figura 7. Diseño para cálculo de la constante de conductividad térmica, k



Las muestras fueron curadas en probetas diseñadas para realizar el estudio de la conductividad térmica del PUR. La probeta fue formada por dos tubos de aluminio concéntricos, de diámetros 1,59cm y 5,08cm para el cilindro interior y exterior respectivamente, y de una longitud de 10cm para los dos. Los pirómetros Checkman modelo XMTG-2301 tipo J con rango de temperaturas entre 0°C y 399°C, tienen un error de $\pm 1\%$ °C. El controlador es un relé electromagnético EBCHQ-47700. Las termocuplas son tipo J con conector de rosca mini pin. La resistencia tiene 120 ohms y un diámetro de 1,27cm y una longitud de 10cm.

El protocolo fue el siguiente:

1. Se introdujo la resistencia dentro del cilindro interno.
2. Se introdujo las termocuplas hasta la mitad del cilindro a diferentes radios, 4mm, 8mm, y 12mm. Una termocupla se dejó en contacto con el cilindro interno para controlar la temperatura de trabajo.
3. Cada probeta fue aislada con fibra de cerámica en las bases del cilindro, para evitar pérdidas por los extremos.
4. Se fijó la temperatura a la que se iba a evaluar la constante de conductividad [k], siendo éstas 50°C, 100°C y 150°C.
5. Se conectó el sistema a una corriente eléctrica con la cual se mantuvo un flujo de calor de 8,25 vatios.
6. Se esperaron 4 horas para que el sistema se equilibrara y se registraron las temperaturas indicadas por los pirómetros.

La prueba terminó cuando se registraron las temperaturas indicadas por los pirómetros. Se trabajó a las 3 temperaturas y se llevaron a cabo un total de 24 muestras. Registradas las temperaturas se usó la ley de Fourier para encontrar la conductividad térmica y la resistencia térmica del material a las 3 temperaturas de trabajo. **(Anexo E)**

2.5.2 Porosidad

La porosidad del sistema fue medida por método directo [26]. Este método consiste en medir el volumen inicial de las probetas; someter la probeta a una presión suficiente (inicio de condensación del material) que permita remover el espacio poroso presente entre ellas, y finalmente, medir el volumen final ocupado del material final. La prensa utilizada fue una CARVER modelo C. Registrados los dos datos de volumen para cada muestra, se calculó la diferencia existente entre ellos, para encontrar la porosidad.

La ecuación 4, fue la utilizada para este cálculo.

$$\phi = \frac{V_2 - V_1}{V_2} \quad (4)$$

Siendo el V_1 el volumen de la probeta completamente ocupada por el PUR equivalente a $40715,136 \text{ mm}^3$ por estar contenida en un cilindro de radio interno 36mm y altura 40mm, V_2 el volumen ocupado por el material después de aplicada la presión.

2.5.3 Dureza

Para encontrar la dureza de cada muestra se utilizó un durómetro shore tipo D, según la norma ASTM D1484, con un porcentaje de error de $\pm 2\%$. Se indica como número redondo de 0 hasta 100 y con la letra A y/o D. Cuanto mayor el valor, mayor es también la dureza. La letra A denomina los productos blandos, la letra D los duros.

2.5.4 Densidad aparente

Para hallar la densidad de la espuma rígida de poliuretano, una característica que las clasifica en espumas de alta y baja densidad, se utilizaron probetas de aluminio de volumen conocido previamente pesadas. Con el volumen de la probeta ocupado todo con espuma rígida de poliuretano, se procedió a pesar la muestra.

Conociendo ya el peso y el volumen de la muestra se calculó su valor por la definición de densidad, ecuación 5.

$$\rho = \frac{m}{V} \quad (5)$$

Siendo V el volumen de las probetas con un valor de $40,715 \text{ cm}^3$ puesto que el cilindro presenta un diámetro interno de 3,6 cm y una altura de 4 cm, y m la masa de cada muestra.

2.5.5 Análisis termogravimétrico (TGA)

El análisis termogravimétrico se realizó en un analizador termogravimétrico Discovery TGA1-0207, con el fin de estudiar la estabilidad térmica. El método utilizado fue la programación de un rango de temperatura entre (30°C – 700°C) a una velocidad constante de 10°C/min bajo una atmósfera de nitrógeno a 40ml/min, con el fin de evitar la degradación termo oxidativa [6].

2.5.6 Espectroscopia infrarroja (IR)

El análisis IR se realizó con el fin de conocer qué grupos funcionales presentes están en el PUR, el análisis se llevó a cabo en la muestra que obtuvo valores de conductividad térmica menores que las demás, es decir, la considerada mejor aislante térmico. El análisis se realizó en un espectrofotómetro infrarrojo FTIR-BRUKER con celda Platinum ATR. Al espectro infrarrojo resultante se le realizó un Smooth (corrección de ruido) de 9, con la función Peak pick, se visualizaron los picos más grandes, también se ajustó el espectro infrarrojo con la función Scale Y.

2.6 PRUEBA ESTADÍSTICA ANOVA

Con el fin de establecer los efectos que causan cada una de las variables de síntesis en las propiedades del PUR, se utilizó un software estadístico Statgraphics X64, en donde se definieron las respuestas de porosidad, densidad, dureza y conductividad térmica, para el diseño que se seleccionó 2^3 . Los datos suministrados se muestran en el **Anexo F**. Se establecieron los siguientes parámetros para proceder a la evaluación estandarizada del diseño aleatorio.

Número de factores experimentales: 3

Número de bloques: 3

Número de respuestas: 6

Número de corridas: 24

Grados de libertad para el error: 16

Nivel de confianza: 95%

3. RESULTADOS Y ANÁLISIS

3.1 Caracterización

En la tabla 1 se encuentran registrados los valores de las propiedades de porosidad, densidad aparente, dureza, conductividad térmica relativa y resistencia térmica para un espesor de 1,2 cm de las muestras del PUR.

Tabla 1. Propiedades de las espumas rígidas de poliuretano.

Muestra	ϕ Porosidad	ρ [$\frac{g}{cm^3}$]	Dureza shore Tipo D	κ 50°C [$\frac{watts}{m*k}$]	κ 100°C [$\frac{watts}{m*k}$]	κ 150°C [$\frac{watts}{m*k}$]	R 50°C [$\frac{k}{watts}$]	R 100°C [$\frac{k}{watts}$]	R 150°C [$\frac{k}{watts}$]
1	0,529 ±0,07	0,590 ±0,02	28 ±3	0,687 ±0,056	0,215 ±0,005	0,122 ±0,002	1,845 ±0,153	5,876 ±0,037	10,340 ±0,190
A	0,487 ±0,13	0,578 ±0,02	25 ±3	0,729 ±0,013	0,221 ±0,009	0,134 ±0,002	1,749 ±0,219	5,706± 0,492	9,391 ±0,129
B	0,598 ±0,05	0,436 ±0,07	24 ±1	0,534 ±0,038	0,174 ±0,003	0,093 ±0,001	2,372 ±0,174	7,259 ±0,135	13,586 ±0,223
AB	0,349 ±0,06	0,632 ±0,04	23 ±3	0,721 ±0,013	0,215 ±0,005	0,131 ±0,002	1,752 ±0,032	5,866 ±0,131	9,637 ±0,301
C	0,593 ±0,05	0,483 ±0,05	21 ±1	0,602 ±0,047	0,187 ±0,005	0,119 ±0,003	2,105 ±0,170	6,770 ±0,186	10,599 ±0,223
AC	0,635 ±0,06	0,460 ±0,03	22 ±1	0,614 ±0,033	0,198 ±0,007	0,119 ±0,001	2,058 ±0,112	6,374 ±0,201	10,582 ±0,135
BC	0,318 ±0,05	0,721 ±0,02	30 ±1	0,744 ±0,056	0,230 ±0,011	0,175 ±0,011	1,702 ±0,084	5,488 ±0,269	7,230 ±0,367
ABC	0,575 ±0,06	0,496 ±0,04	25 ±3	0,671 ±0,075	0,211 ±0,008	0,122 ±0,001	1,898 ±0,21	5,992 ±0,228	10,352 ±0,137

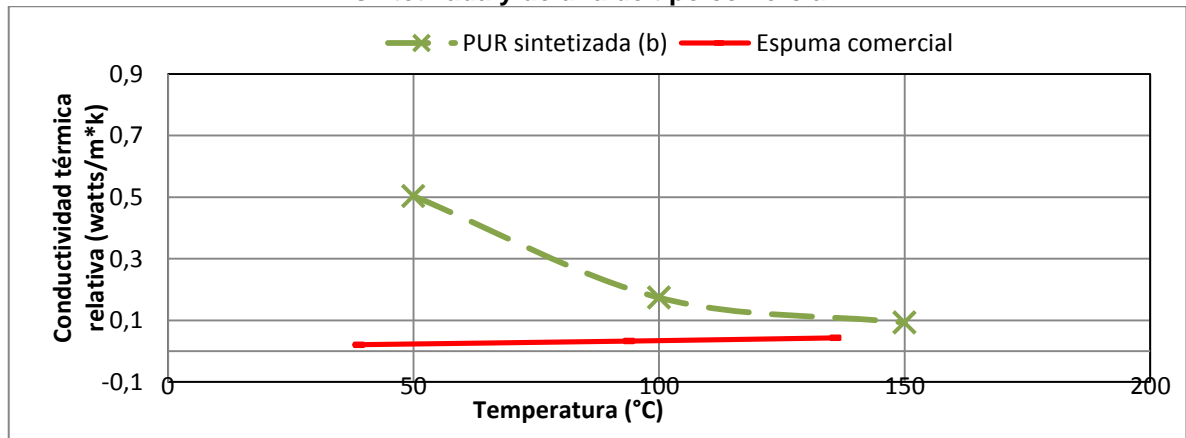
De los resultados reportados en la tabla 1 se aprecia que el PUR puede presentar porosidades entre un 31% y un 63% de su volumen. Son espumas de alta densidad, puesto que en la mayoría de los casos poseen densidades por encima de 0,500 g/cm³. La dureza del PUR presenta valores entre 21 y 30 Shore tipo D. Los valores de conductividad relativa indican que con un flujo de calor determinado, a mayor temperatura, el material disminuye su capacidad conductiva. Los datos de resistencia térmica indican que a mayor temperatura de trabajo el PUR presenta un aumento en la resistencia al flujo de calor.

Los datos de resistencia térmica a diferentes grosores del PUR se encuentran en el **(Anexo G)**, para las diferentes temperaturas de trabajo. Se observa que la resistencia térmica del PUR aumenta al aumentar el espesor.

3.1.1. Comparación de los coeficientes de conductividad térmica relativa entre el PUR sintetizado (muestra b) y el PUR comercial por proyección.

El PUR por proyección es considerada en el mercado como la espuma con mayor capacidad como aislante térmico. Este tipo de espumas presentan valores de densidad entre 30-55 kg/m³ y presentan celdas en su mayoría cerradas (más del 90%) [24]. En la figura 8 se observa el comportamiento de la conductividad térmica relativa que presenta el PUR sintetizado (muestra b) y el PUR comercial por proyección, en donde se puede observar que los valores de esta propiedad a 100°C y a 150°C son próximos para ambos materiales, demostrando la capacidad de la espuma sintetizada como aislante térmico a esas temperaturas.

Figura 8. Comportamiento de los coeficientes de conductividad térmica de la espuma b sintetizada y de una de tipo comercial.

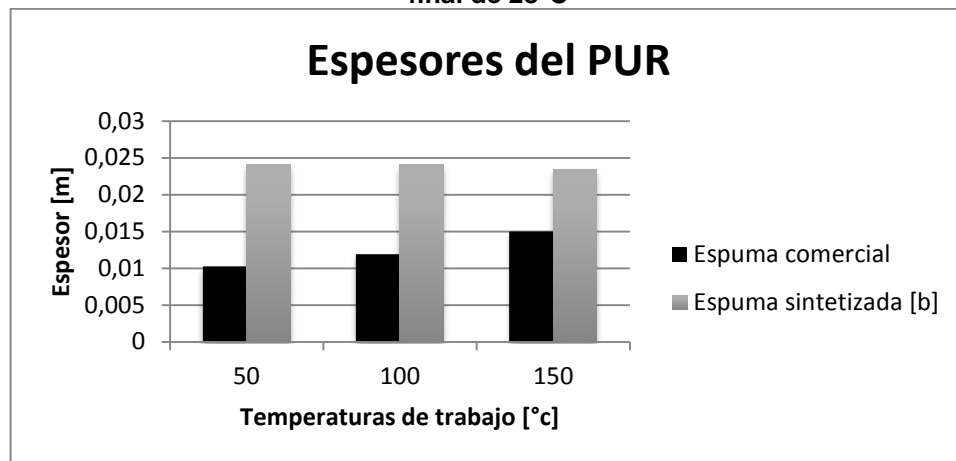


Fuente: Autores. Datos del PUR comercial [24].

En la figura 9 se encuentran los espesores de una espuma rígida de poliuretano de tipo comercial y de la espuma obtenida, que se deben usar para aislar desde temperaturas de 50°C, 100°C y 150°C hasta una temperatura final de 28°C. Si se aísla desde 50°C el espesor del PUR b, que se debe usar es 57% mayor que el

utilizado por la espuma de tipo comercial; si se desea aislar desde 100°C el espesor de glicerol crudo que se debe emplear es 51% mayor del utilizado por la espuma comercial; y finalmente si se desea aislar desde 150°C el espesor de espuma b debe ser 35% más del usado por la espuma de tipo comercial.

Figura 9. Espesores del PUR de la espuma sintetizada y una espuma de tipo comercial, necesarios para aislar desde temperaturas de 50°C, 100°C y 150°C hasta una temperatura final de 28°C

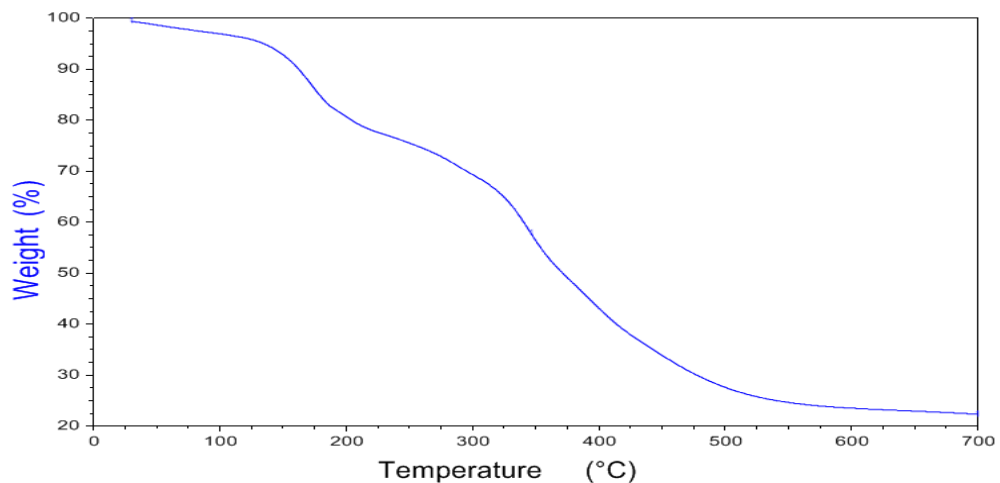


Fuente: Autores. Datos del PUR comercial [24].

El resultado de la prueba de análisis termogravimétrico, figura 10 muestra que el PUR se descompone en cuatro etapas.

Figura 10. Diagrama termogravimétrico del PUR

ESPUMA RÍGIDA DE POLIURETANO



En la primera etapa que llega hasta 150°C, la muestra pierde aproximadamente el 5% del peso, atribuyéndose al material volátil no identificado y al agua. En la siguiente etapa comprendida entre 150 y 237°C la pérdida de peso es del 15% y podría atribuirse a la degradación térmica de las impurezas presentes en el glicerol crudo. La tercera etapa comprendida entre 237 y 350°C presenta el 25% de pérdida en peso, esto podría deberse a la degradación del glicerol, del PMDI y de las pequeñas cantidades de potasio y ésteres presentes en el glicerol. La última etapa podría ser la descomposición de los compuestos carbonatados como el poliuretano y otros compuestos (urea, alofanatos, biuretas, carbodiimida e isocianuratos) formados por las reacciones secundarias y representa el 30% del peso total del material.

El espectro infrarrojo se presenta en la figura 11. La interpretación del espectro presentada en la tabla 2 indica la presencia de los grupos característicos de la espuma de poliuretano [27] [28] [29] [30].

Figura 11. Espectro infrarrojo del PUR

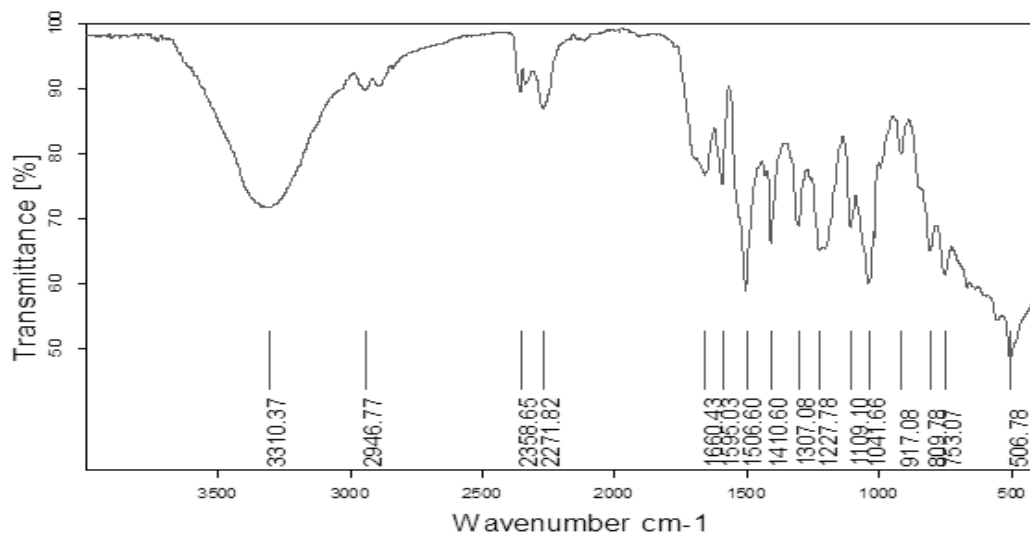


Tabla 2. Compuestos presentes en la muestra de espumas de poliuretano 3b

Frecuencia (cm ⁻¹)	Grupo funcional	Compuestos presente*
3310,37	Alcoholes con puente de hidrogeno, amidas.	Agua, glicerol, carbodiimida, (proveniente del glicerol crudo).
2946,77	Grupos alquilo.	Poliuretano (carbamato de etilo) y triglicéridos del glicerol.
2358,75	Ácidos carboxílicos	Gas carbónico.
2271,82	Grupo isocianato.	PMDI
1660,43	Grupo carbonilo	Presencia de Poliuretano.
1595,03 1506,60	Amidas secundarias y compuestos aromáticos.	Carbodiimida, diurea, biurete, PMDI, alofanato, poliuretano.
1410,60	Grupos alquilo.	Poliuretano (carbamato de etilo), esterés y triglicéridos del glicerol.
[1307,08 - 506,78]	Compuestos halogenados, alcoholes, ésteres y anhídridos.	Sales de sodio, ésteres y otros compuestos presentes en el glicerol crudo, biurete y alofanato.

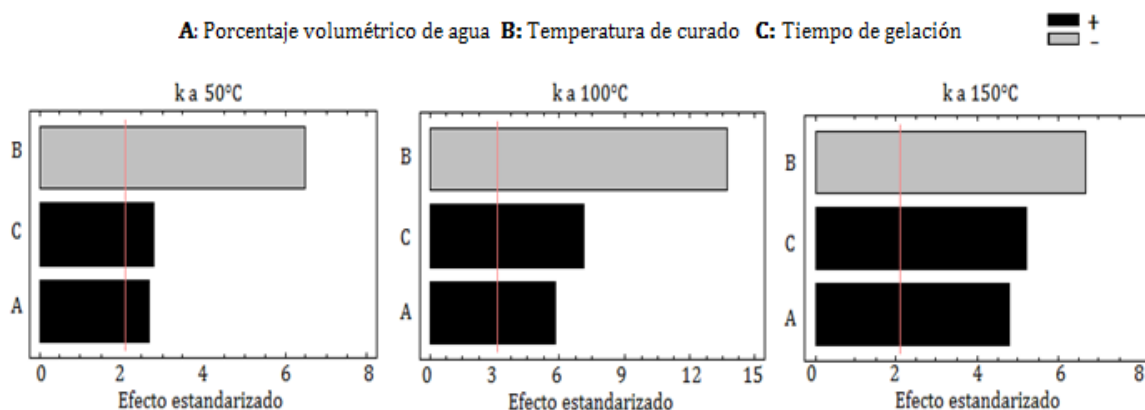
* Se nombran en general algunos grupos de compuestos presentes en el PUR.

3.2 Efectos de los factores de síntesis sobre las propiedades

Los diferentes efectos que presentan los 3 factores de síntesis: A: Porcentaje volumétrico de agua, B: Temperatura de curado y C: Tiempo de gelación; Son reflejados en los siguientes diagramas de Pareto, para la conductividad térmica relativa, la dureza, la densidad aparente y la porosidad.

3.2.1 Conductividad térmica aparente

Figura 12. Diagrama de Pareto estandarizado para la k a 150°C, 100°C y 50°C

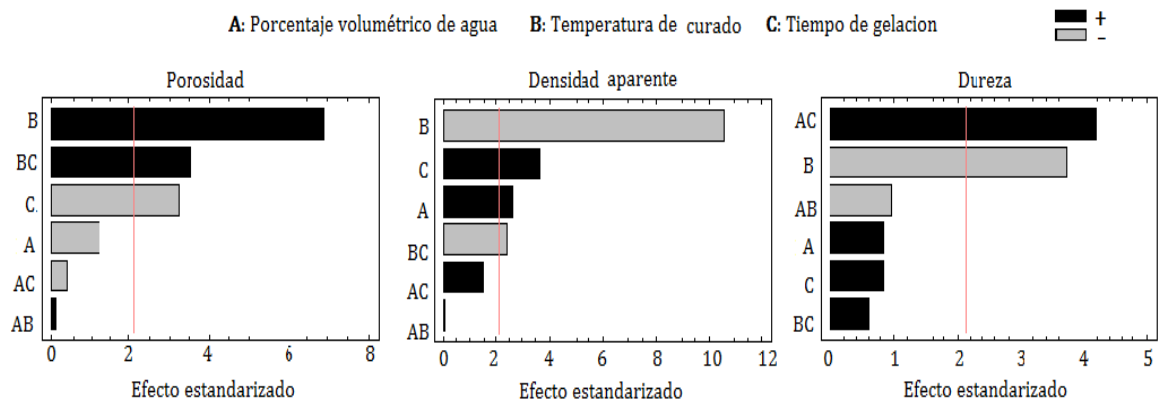


Como se puede apreciar en la figura 12, la conductividad térmica a las tres temperaturas de trabajo se ve afectada en mayor proporción por la temperatura de curado del PUR. El efecto de la temperatura de curado es inversamente proporcional a la conductividad térmica relativa. Esto puede deberse a que se genere un mayor espacio vacío en el material lo que indica un aumento en su porosidad. La conductividad térmica relativa aumenta si se aumenta el porcentaje volumétrico de agua. Esto puede ocurrir porque una parte del volumen de agua puede quedar sin reaccionar lo que desestabiliza la formación del material. La conductividad térmica también aumenta con un valor alto en el tiempo de gelación esto podría deberse al favorecimiento de las reacciones con diisocianato disminuyendo la cantidad de éste, para la reacción con el agua desfavoreciendo la formación de CO₂.

3.2.2 Porosidad, densidad aparente y dureza

En la figura 13 se observan los efectos de los factores de síntesis en la porosidad, densidad aparente y la dureza respectivamente.

Figura 13. Diagrama de Pareto estandarizado para la porosidad, densidad aparente y dureza del PUR



El material sintetizado presenta mayor porosidad si es curado a un valor alto de temperatura y con un tiempo de gelación bajo. La interacción entre estos dos factores también aumenta esta propiedad. Esto indica que a mayor porosidad mayor espacio vacío y, por ende, menor conductividad térmica, estableciendo una relación inversa entre los efectos de los factores sobre la porosidad y la conductividad térmica relativa.

Un bajo valor en la densidad aparente del PUR se debe al aumento de la temperatura de curado y al efecto de la interacción de la temperatura de curado con el tiempo de gelación. A un mayor tiempo de gelación y porcentaje volumétrico de agua aumenta esta propiedad. Esto se puede explicar porque a estas condiciones el material se hace más poroso lo que indica un aumento del volumen ocupado por el poliuretano.

El PUR presenta una mayor dureza, si los valores del porcentaje volumétrico de agua y el tiempo de gelación son altos, porque el efecto de su interacción tiene mayor influencia sobre esta propiedad; otro factor influyente es la temperatura de curado, ya que con un valor bajo de esta aumenta la dureza del material. Esto demuestra lo citado en el marco teórico sobre el PUR, la dureza aumentara con la cantidad volumétrica de agua como consecuencia de la formación de agregados de urea, esto si se deja el mayor tiempo de gelación (10min).

4. CONCLUSIONES

El proceso de síntesis del PUR se realizó de forma exitosa empleando glicerol crudo (un subproducto de bajo costo), diisocianato PMDI y agua como agente espumante. Al usar reactivos económicos y de fácil adquisición permiten que el proceso empleado en este trabajo de investigación sea considerado como una ruta posible, económica y de interés para aplicaciones industriales.

Se obtuvo PUR sintetizada a partir de glicerol crudo con aplicabilidad entre hasta 150°C como aislante térmico; A mayores temperaturas de trabajo presentan aumento en la resistencia térmica que tiene a un flujo de calor.

El PUR con mayor capacidad para aislar a las diferentes temperaturas de trabajo, se sintetizó con condiciones de proceso de porcentaje volumétrico de agua de 4%, tiempo de gelación de 5min y temperatura de curado de 120°C.

La temperatura de curado es la variable con mayor influencia sobre las propiedades medidas; a una temperatura de curado de 120°C se observa mayor porosidad y dureza del PUR, mientras que la conductividad térmica y la densidad disminuyen.

5. RECOMEDACIONES

Garantizar grados mayores y constantes de agitación en las etapas de gelación y soplado.

Hacer estudios sobre la producción de PUR a partir de glicerol crudo, utilizando relaciones de grupos isocianato a grupos hidroxilo, mayores de 1:1.

Realizar pruebas de conductividad térmica a temperaturas de trabajo menores, para probar la capacidad de este material como aislante térmico en ambientes fríos.

Comparar las propiedades del PUR obtenido con un PUR sintetizado a partir de glicerol puro.

Realizar pruebas de comportamiento del PUR en presencia de humedad.

5. CITAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] X. E. Castells, Reciclaje de residuos industriales: Residuos solidos urbanos y fangos de depuradora, segunda edición ed., X. Elias, Ed., Madrid: Díaz de Santos, 2009, p. 224.
- [2] FEDEBIOCOMBUSTIBLES, «Cifras Informativas del sector biocombustibles: Biodiesel de palma de aceite,» 1 octubre 2013. [En línea]. Available: <http://www.fedebiocombustibles.com/v3/nota-web-id-488.htm>. [Último acceso: 14 noviembre 2013].
- [3] M. A. Mayorga y W. A. Mejía Naranjo, «APROVECHAMIENTO INTEGRAL DEL GLICROL RESIDUAL EN LA INDUSTRIA DEL BIODISEL: CASO 1,3-PROPANODIOL (1,3-PD).,» *TECCIENCIA Vol. 6. Revista_9.pdf*, pp. 81-83, 2012.
- [4] J. Dufour, «madrimasd.org,» 29 Junio 2006. [En línea]. Available: <http://www.madrimasd.org/blogs/energiasalternativas/2006/06/29/33193>. [Último acceso: 11 Noviembre 2013].
- [5] C. A. Cardona Alzate, «Sinab: Sistema Nacional de Bibliotecas,» - - 2009. [En línea]. Available: http://www.bdigital.unal.edu.co/6854/10/9789584452610_Parte4.pdf. [Último acceso: 14 Noviembre 2013].
- [6] J. Vega Baudrit, K. Delgado Montero, M. Sibaja Ballester, P. Alvarado Aguilar y S. Barrientos Ramirez, «EMPLEO DE MELAZA DE CAÑA DE AZÚCAR PARA LA OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE POLIURETANOS POTENCIALMENTE BIODEGRADABLES. I.,» *REVISTA IBEROAMERICANA DE POLIMEROS*, pp. 408-421, 2008.
- [7] A. Demharter, «Polyurethane rigid foam, a proven thermal insulating material for applications between +130°C and -196°C,» *ELSEVIER*, pp. 113-117,

1998.

- [8] P. Mazo, O. Yarce y L. A. Rios, «Síntesis de Espumas Rígidas de Poliuretano Obtenidas a partir de Aceite de Castor y Poliglicerol Empleando Calentamiento por microondas,» *Polímeros*, pp. 56-66, 2011.
- [9] S. Sylwia Dworakowska, D. Bogdal, F. Zaccheria y N. Ravasio, «The role of catalysis in the synthesis of polyurethane foams based on renewable raw materials,» *ELSEVIER, ScienceDirect*, pp. 148-156, 22 Diciembre 2013.
- [10] J. C. A. C. Posada Duque, «Análisis de la refinación de glicerina obtenida como co-producto en la producción de biodiesel Colombia,» *Revista De La Facultad De Ciencias Universidad Javeriana*, vol. XIV, pp. 9-27, Enero-Junio 2010.
- [11] L. Chen, *conversion of glycerol to Lactic Acid under Low Corrosive Conditions with Homogeneous and Heterogeneous catalysts.*, Knoxville., 2011.
- [12] M. Indiveri, P. Pérez, N. Van Stralen, O. A., J. Núñez Mc Leod y L. S., *Utilización de Glicerina Residual de Producción de Biodiesel como cosubstrato para la producción de biogás*, 2011.
- [13] Bluer Aplicaciones, S.L., «www.bluer.es,» [En línea]. Available: <http://www.bluer.es/index.html>. [Último acceso: 21 Enero 2014].
- [14] Acepalma S.A., «www.acepalma.com,» [En línea]. Available: <http://www.acepalma.com/productos.php#TopServicio>. [Último acceso: 22 Enero 2014].
- [15] BASF, «<http://wwwstage.basf.com/>,» [En línea]. Available: http://wwwstage.basf.com/urethanechemicals/pdfs/chemicals/Other/MDI_Hand_Span.pdf. [Último acceso: 21 Marzo 2014].
- [16] QUIMIPAC, «Quimipac,» [En línea]. Available: http://www.quimipac.com.ec/prod_poliuretano.htm. [Último acceso: 26 4 2014].

- [17] Y. L. Yadi Liliam Moreno Pardo y S. E. Solano González, *Utilización del supproducto vegetal generado en la elaboración de edulcorante de stevia como material de relleno reforzante en elastómeros de poliuretano a partir de aceite de higuera*, Bogota: VirtualPro, 2011.
- [18] Revista de la construcción y su entorno, *Arte y Cemento*, España, 2006.
- [19] S. Dworakowska, D. Bogdała, F. Zaccheria y N. Ravasio, *The role of catalysis in the synthesis of polyurethane foams based on renewable raw materials*, Italia: Elsevier, 2014.
- [20] M. W. Quintero, *Los polímeros de poliuretanos*, Vols. %1 de %228, Tomo2, 2007.
- [21] M. Payá, *Aislamiento Térmico y Acústico*, Ceac, Ed., Barcelona: Ceac, 2004, p. 9.
- [22] Editores Técnicos Asociados S.A., *Aislamiento Térmico Aplicaciones en la edificación y la Industria Economía de Energía*, Barcelona, 1983, p. 276.
- [23] J. P. Holman, «Tranferencia de calor,» de *Tranferencia de calor*, Mexico, Continental S.A, 1999.
- [24] Aislaciones Plácido Sandoval, «aislacionesplacidossandoval,» [En línea]. Available: <http://aislacionesplacidossandoval.com/propiedades.htm>. [Último acceso: 15 Abril 2014].
- [25] J. P. Araque Ferreira y L. D. Buitrago Martínez, *Síntesis y Caracterización Básica de Elastómeros de Poliuretano obtenidos a partir de MDI Polimérico y Aceite de Ricino modificado con Glicerol para definir criterios de aplicabilidad como material industrial*, Bucaramanga, 2013.
- [26] R. H. López, *Caracterización de medios porosos y procesos percolativos y de transporte*, San Luis, Argentina, 2004.
- [27] W. W. Linstromberg, *Curso breve de Química Orgánica*, Barcelona: Reverté, 1979, p. 26.

- [28] Beyer y Walter, Manual de Química orgánica, dieinueveava ed., J. Barluenga, Ed., Barcelona: Reverté, 1987, p. 39.
- [29] Quiored, «www.urg.es,» 2004. [En línea]. Available: <http://www.ugr.es/~quiorred/espec/ir.htm>. [Último acceso: 12 Abril 2014].
- [30] K. A. Rubinson y J. F. Rubinson, Análisis Instrumental, Pearson Educación, 2000.
- [31] CALORCOL, «<http://www.calorcol.com/>,» 2014. [En línea]. Available: http://www.calorcol.com/Portals/0/Contenidos/Documentos/PDF/CATALOGO_DE_PRODUCTOS.pdf. [Último acceso: 4 Abril 2014].
- [32] T. Keefer, «El Centro de Estudios Políticos para las Relaciones Internacionales y el Desarrollo,» 1 Mayo 2010. [En línea]. Available: <http://www.nodo50.org/ceprid/>. [Último acceso: 12 Noviembre 2013].
- [33] CORPOICA, «Ministerio de Agricultura y Desarrollo Rural,» 1 Septiembre 2006. [En línea]. Available: <http://www.corpoica.org.co/sitioweb/Convenio/Documentos/EstrategiaDesarrolloBiocombustiblesColombia.pdf>. [Último acceso: 12 11 2013].
- [34] P. M. Diaz Ruiz y J. Prada Palomino, «Universidad Industrial de Santander,» 20 Febrero 2012. [En línea]. Available: <http://repositorio.uis.edu.co/jspui/bitstream/123456789/460/2/143203.pdf>. [Último acceso: 14 noviembre 2013].
- [35] J. Z. Rojas Cristancho y J. P. Pineda Martínez, *Factores que afectan la polimerización del glicerol crudo para la producción de poliglicerol*, Bucaramanga, 2013.

BIBLIOGRAFÍA

CHEN, L. Conversion of glycerol to Lactic Acid under Low Corrosive Conditions with Homogeneous and Heterogeneous catalysts. Knoxville. 2011.

COLOMBIA. MINISTERIO DE AGRÍCOLTURA Y DESARROLLO RURAL. Estrategia de desarrollo de biocombustibles: Implicaciones para el sector agropecuario. [en línea] Minagricultura, Septiembre 2006. [Citado : 12 Nov. 2013.] Disponible en internet: <http://www.corpoica.org.co/sitioweb/Convenio/Documentos/EstrategiaDesarrolloBiocombustiblesColombia.pdf>

DEMHARTER, ANTON Polyurethane rigid foam, a proven thermal insulating material for applications between +130°C and -196°C.. En: Elsevier. págs. 113-117.

DWORAKOWSKA, SYLWIA. The role of catalysis in the synthesis of polyurethane foams based on renewable raw materials. En: Elsevier, Catalysis Today. Italia. 2014.

GUNZE ELECTRONICS. Software estadístico Statgraphics X64 [DEMO de 20 de febrero a 20 de marzo. En línea]

HOLMAN, JACK PHILIP. Tranferencia de calor por conducción. En: Tranferencia de calor. Mexico : Continental, 1999. p. 31-43.

IONESCU, MIHAIL. Chemistry and Technology of Polyols for Polyurethanes. Shropshire : Rapra Technology Limited, 2005. P 23-40.

MAYORGA, MANUEL ALEJANDRO Y MEJÍA NARANJO, WILSON ALFONSO. Aprovechamiento integral del glicrol residual en la industria del biodisel: caso 1,3-propanodiol (1,3-pd). En: Revista tecciencia 9. Vol. 6. págs. 81-83.

MAZO, PAULA, YARCE, OMAR Y RIOS, LUIS A. Síntesis de Espumas Rígidas de Poliuretano obtenidas a partir de Aceite de Castor y Poliglicerol empleando calentamiento por microondas. En: polimeros. págs. 56-66.

POSADA DUQUE, J. y CARDONA ALZATE, C. Análisis de la refinación de glicerina obtenida como co-producto en la producción de biodiesel Colombia. En: Revista de la Facultad de Ciencias Universidad Javeriana. Enero-Junio de 2010 Vol. 14. págs. 9-27.

QUINTERO, MIGUEL W. Los polímeros de poliuretanos. Vol. 28, Tomo2. 2007

ROJAS CRISTANCHO, JEIMMY ZULAY Y PINEDA MARTÍNEZ, JENIFFER PAOLA. Factores que afectan la polimerización del glicerol crudo para la producción de poliglicerol. Bucaramanga. 2013.

YADI LILIAM MORENO PARDO, YADI LILIAM Y SOLANO GONZÁLEZ, SANDRA ELENA. Utilización del subproducto vegetal generado en la elaboración de edulcorante de stevia como material de relleno reforzante en elastómeros de poliuretano a partir de aceite de higuera. En: Revista virtualpro, Bogota 2011.

ANEXOS

Anexo A. Propiedades físico-químicas de reactivos

Rubinate ® 5005 / suprased ® 5005, PMDI

- Funcionalidad aprox: 2,7
- Peso equivalente isocianato : 133
- Contenido NCO (%): 30,2 – 31,5
- Peso molecular promedio: 340 g/mol
- Acidez (ppm HCl): 50-250
- Viscosidad (25 °C):170-250 cps
- Gravedad específica (25 °C):1,23
- Punto de inflamación: 218 °C (medido en Copa Clev eland)
- Presión de vapor a 25 °C, mm Hg máximo 1×10^{-4} .

Glicerol Crudo

- Índice de hidroxilo: $676,955 \text{ mg KOH} / \text{g muestra}$
- Densidad (25°C): $1,13 \text{ g/cm}^3$
- Composición: $75 \pm 1,414\% \text{ p/p}$

Anexo B. Cálculo de la cantidad de reactivos, fijada la relación NCO/OH de 1:1.

En base a la relación de NOH/OH de 1:1, y estableciendo un volumen total de trabajo fijo V_0 , se calcularon los volúmenes necesarios de cada reactivo para la síntesis en función del volumen a trabajar. El volumen de agua fue determinado de acuerdo a al porcentaje volumétrico que se quería trabajar del volumen total V_0 .

Se utilizaron ecuaciones como la de relación entre grupos funcionales isocianato y grupos funcionales hidroxilo (1), la ecuación del número de hidroxilos (2), la de numero de isocianatos (3) y la de volumen total de trabajo (4).

$$\frac{\text{No moles NCO}}{\text{No moles OH}} = 1 \quad (1)$$

$$\text{No moles OH} = \frac{\text{g poliol} * \text{IH} \left(\frac{\text{mg KOH}}{\text{g}} \right)}{1000 \frac{\text{mg}}{\text{g}} * 56,1 \left(\frac{\text{g KOH}}{\text{mol}} \right)} \quad (2)$$

$$\text{No moles NCO} = \frac{\text{g diisocianato} * \text{Funcionalidad del diisocianato}}{\text{PM diisocianato}} \quad (3)$$

$$V_T = V_{GC} + V_{MDIP} + V_{H_2O} \quad (4)$$

Usando las densidades de cada reactivo, se expresó la masa del poliol y del diisocianato en función del volumen y la densidad. El valor de índice de hidroxilos (IH) para el glicerol crudo utilizado, se calculó según la norma ASTM D4274, con un error +/- 1.18.

$$\text{No moles NCO} = \frac{\left(1,23 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3} \right) (V_{MDIP}) * 2,7}{\text{PM diisocianato}}$$

$$\text{No moles OH} = \frac{(1,261 \text{ g/cm}^3) (V_{GC}) * 676.955 \left(\frac{\text{mg KOH}}{\text{g}}\right)}{1000 \frac{\text{mg}}{\text{g}} * 56,1 \left(\frac{\text{g KOH}}{\text{mol}}\right)}$$

Al despejar los volúmenes de cada reactivo queda la siguiente ecuación:

$$V_D = \frac{(1,261 \text{ g/cm}^3) (V_{GC}) * 676.955 \left(\frac{\text{mg KOH}}{\text{g}}\right)}{1000 \frac{\text{mg}}{\text{g}} * 56,1 \left(\frac{\text{g KOH}}{\text{mol}}\right)}$$

$$V_{GC} = \frac{V_T - V_A}{1 + \frac{(1,261 \text{ g/cm}^3) * 676,955 \text{ mg KOH/g muestra} * 340 \text{ g/cm}^3}{1000 * \left(56,1 \text{ g KOH/mol}\right) * (1,23 \text{ g/cm}^3) * 2,7}}$$

$$V_D = \frac{V_T - V_A}{1 + \frac{(1,261 \text{ g/cm}^3) * 676,955 \text{ mg KOH/g muestra} * 340 \text{ g/cm}^3}{1000 * (56,1 \text{ g KOH/mol}) * (1,23 \text{ g/cm}^3) * 2,7}}$$

Las cantidades de utilizadas para cada pruebas están registrados en la tabla3.

Tabla 3. Cantidad de cada reactivo de acuerdo al porcentaje volumétrico de Agua Volumen (cm³)

%vol Agua	Agua	GC	PMDI	%vol Agua	Agua	GC	PMDI	%vol Agua	Agua	GC	PMDI
1	0,10	3,99	6,21	11	1,13	3,58	5,58	30	3,09	2,82	4,39
2	0,21	3,95	6,15	12	1,24	3,54	5,52	40	4,12	2,42	3,76
3	0,31	3,91	6,09	13	1,34	3,50	5,46	50	5,15	2,01	3,14
4	0,41	3,87	6,02	14	1,44	3,46	5,40	60	6,18	1,61	2,51
5	0,52	3,83	5,96	15	1,55	3,42	5,33	70	7,21	1,21	1,88
6	0,62	3,79	5,90	16	1,65	3,38	5,27	80	8,24	0,81	1,25
7	0,72	3,74	5,83	17	1,75	3,34	5,21	90	9,27	0,40	0,63
8	0,82	3,70	5,77	18	1,85	3,30	5,14				
9	0,93	3,66	5,71	19	1,96	3,26	5,08				
10	1,03	3,62	5,65	20	2,06	3,22	5,02				

Fuente: Autores. GC= Glicerol crudo PMDI= Diisocianato metilen difenil polimérico

Anexo C. Resultado de las pruebas preliminares bajo diferentes condiciones

Los resultados de las pruebas se encuentran registrados en la tabla 4.

Tabla 4. Resultados de pruebas preliminares

Rango de% Vol. de Agua	Producción de espumas			
	Tcurado=90°C	Tiempo de gelación = 5min.	con agitación	Tiempo de curado= 4h
[1-3]	X			
[4-9]	✓			
[10-19]	✓* (no es un material continuo)			
[20-90]	X			
Rango de% Vol. de Agua	Producción de espumas			
	Tcurado=100°C	Tiempo de gelación = 5min.	con agitación	Tiempo de curado= 4h
[4-9]	✓			
Rango de% Vol. de Agua	Producción de espumas			
	Tcurado=90°C	Tiempo de gelación = 10min.	con agitación	Tiempo de curado= 4h
[4-9]	✓			
Rango de% Vol. de Agua	Producción de espumas			
	Tcurado=25°C	Tiempo de gelación = 5min.	con agitación	Tiempo de curado= 4h
[4-9]	X			
Rango de% Vol. de Agua	Producción de espumas			
	Tcurado=90°C	Tiempo gelación = 5min.	sin agitación	Tiempo de curado= 4h
[4-9]	X			
Rango de% Vol. de Agua	Producción de espumas			
	Tcurado=90°C	Tiempo gelación= 5min.	sin agitación	Tiempo de curado= 3h
[4-9]	X			

Fuente: Autores

Anexo D. Diseño de experimentos

Para un diseño factorial 2^k con $K=3$ se deben realizar, 8 corridas a diferentes condiciones. Los factores a evaluar tendrán dos niveles, llamados usualmente bajos y altos, en este caso serán los encontrados en la tabla 5.

Tabla 5. Nivel alto y bajo de los factores a estudiar.

FACTORES	NIVEL	
	Alto(+)	Bajo(-)
A= Porcentaje volumétrico de agua	9	4
B= Temperatura de curado [°C]	120	80
C= Tiempo de gelación [min]	10	5

Fuente: Autores

Fijados los 2 niveles, se diseñó la matriz factorial 2^k , tal como se muestra en la tabla 6.

Tabla 6. Diseño factorial 2^k

	FACTORES						
	A	B	C	AB	AC	BC	ABC
1	-	-	-	+	+	+	-
a	+	-	-	-	-	+	+
b	-	+	-	-	+	-	+
ab	+	+	-	+	-	-	-
c	-	-	+	+	-	-	+
ac	+	-	+	-	+	-	-
bc	-	+	+	-	-	+	-
abc	+	+	+	+	+	+	+

Fuente: Autores

Para cada corrida se realizaron 3 réplicas, de tal manera que en total se hicieron 24 corridas.

Anexo E. Cálculo de la constante de conductividad y resistencia térmica relativa del PUR

Al despejar la constante de conductividad térmica de la ecuación 1, que describe la ley de Fourier para el sistema cilíndrico con flujo de calor unidimensional y en dirección radial queda la siguiente ecuación.

$$k = \frac{q \ln\left(\frac{r_0}{r_1}\right)}{2\pi L(T_i - T_0)} \quad (2)$$

Utilizando el montaje de cilindros concéntricos se midió el flujo de calor q , que es suministrado por la resistencia eléctrica, utilizando un material con coeficiente de conductividad térmica conocido, en este caso la fibra de cerámica ($k=0.0635 \frac{\text{watio}}{\text{m}\cdot\text{K}}$ a 260°C) [31], el flujo de calor obtenido fue de 8,25 vatios. Es importante resaltar que la resistencia aportaba un flujo de calor constante mucho mayor que el calculado (aproximadamente 100 vatios), el valor bajo se explica porque el sistema que se utilizó para controlar la temperatura del tubo próximo a la resistencia eléctrica, permanecía poco tiempo encendido, para mantener la temperatura del set point.

Siendo r_0 la distancia entre la resistencia y la termocupla del cilindro interno equivalente a 9,85mm y r_1 la distancia entre la resistencia y los diferentes puntos en donde se encuentran ubicados las termocuplas, equivalentes a 14mm, 18mm y 22mm, T_i la temperatura de trabajo, (50°C , 100°C y 150°C) y T_0 la temperatura que registran los pirómetros.

Para el cálculo de la resistencia térmica se utilizó la ecuación 3 con el objetivo de clasificar los materiales aislantes, siendo este el término más común en la industria.

$$R_t = \frac{\ln\left(\frac{r_0}{r_1}\right)}{2\pi kL} \quad (3)$$

Anexo F. Variables respuestas para el análisis de anova

Los datos que se utilizaros para el análisis e Anova en el programa **Statgraphics X64** están registraos en la tabla 7.

Tabla 7. Variables respuesta del diseño factorial 2³

			k a 50°C watts/m*k			k a 100°C watts/m*k			k a 150°C watts/m*k			φ Fracción volumétrica			ρ [g/cm ³]			Dureza Shore tipo D		
			REPLICAS			REPLICAS			REPLICAS			REPLICAS			REPLICAS			REPLICAS		
A	B	C	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3
+	-	-	0,825	0,648	0,713	0,230	0,213	0,222	0,137	0,133	0,134	0,59	0,36	0,51	0,557	0,591	0,587	22	24	28
+	+	-	0,602	0,555	0,649	0,188	0,181	0,191	0,122	0,117	0,119	0,61	0,54	0,63	0,435	0,529	0,485	20	22	21
-	+	+	0,632	0,581	0,629	0,204	0,191	0,198	0,120	0,120	0,118	0,69	0,62	0,59	0,430	0,465	0,487	23	23	21
-	-	-	0,740	0,631	0,690	0,216	0,210	0,218	0,123	0,123	0,120	0,48	0,59	0,52	0,570	0,613	0,588	25	30	29
+	-	+	0,780	0,687	0,764	0,241	0,219	0,230	0,184	0,164	0,176	0,28	0,31	0,37	0,704	0,743	0,716	30	31	29
-	+	-	0,565	0,496	0,540	0,176	0,171	0,175	0,091	0,093	0,094	0,65	0,59	0,55	0,397	0,400	0,511	24	24	23
-	-	+	0,734	0,715	0,713	0,220	0,212	0,214	0,135	0,129	0,129	0,41	0,31	0,32	0,661	0,647	0,588	25	20	25
+	+	+	0,596	0,669	0,748	0,203	0,211	0,219	0,120	0,124	0,122	0,53	0,63	0,57	0,461	0,498	0,528	24	28	23

Fuente: Autores

A: Porcentaje volumétrico de agua

B: Temperatura de curado

C: Tiempo de gelación

Anexo G. Resistencia térmica a diferentes grosores del PUR y a 3 temperaturas de trabajo

Los valores de las resistencias para diferentes grosores se encuentran registrados en la tabla 8.

Tabla 8. Resistencia térmica del PUR a diferentes temperaturas y espesores

	R 50°c $\frac{m^2 * k}{watts}$			R 100°c $\frac{k}{watts}$			R 150°c $\frac{k}{watts}$		
	d1	d2	d3	d1	d2	d3	d1	d2	d3
1	0,789 ±0,065	1,377 ±0,114	1,845 ±0,153	2,513 ±0,056	4,386 ±0,098	5,876 ±0,037	4,421 ±0,081	7,717 ±0,142	10,340 ±0,190
A	0,748 ±0,085	1,305 ±0,163	1,749 ±0,219	2,440 ±0,096	4,259 ±0,169	5,706 ±0,492	4,016 ±0,055	7,009 ±0,113	9,391 ±0,129
B	1,014 ±0,074	1,770 ±0,129	2,372 ±0,174	3,104 ±0,057	5,418 ±0,101	7,259 ±0,135	5,810 ±0,092	10,140 ±0,166	13,586 ±0,223
AB	0,749 ±0,006	1,307 ±0,013	1,752 ±0,032	2,508 ±0,056	4,378 ±0,072	5,866 ±0,131	4,121 ±0,128	7,192 ±0,225	9,637 ±0,301
C	0,900 ±0,069	1,571 ±0,127	2,105 ±0,170	2,895 ±0,079	5,053 ±0,108	6,770 ±0,186	4,532 ±0,079	7,911 ±0,138	10,599 ±0,233
AC	0,880 ±0,048	1,536 ±0,083	2,058 ±0,112	2,725 ±0,092	4,757 ±0,162	6,374 ±0,201	4,525 ±0,058	7,898 ±0,101	10,582 ±0,135
BC	0,728 ±0,057	1,271 ±0,100	1,702 ±0,084	2,347 ±0,110	4,096 ±0,201	5,488 ±0,269	3,092 ±0,157	5,396 ±0,333	7,230 ±0,367
ABC	0,811 ±0,094	1,416 ±0,165	1,898 ±0,21	2,562 ±0,097	4,472 ±0,170	5,992 ±0,228	4,426 ±0,059	7,726 ±0,103	10,352 ±0,137

Fuente: Autores

d1: 0,4cm d2: 0,8cm d3: 1,2cm