

P - 36.993

Pos. Gw 1311 Sp.

3 4 8 4 4 2

12 FME 1968

Memoria descriptiva



para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de GLANZSTOFF AG.

entidad / ~~de nacionalidad~~ alemana

con domicilio en Glanzstoff-Haus, Wuppertal-Elberfeld, República Federal Alemana

por: "PROCEDIMIENTO PARA LA DESGASIFICACION DE GELES DE POLIURETANO" (Clase Internacional C08g D06m)



Los geles de poliuretano han ganado importancia continuamente en los últimos tiempos. Un importante campo de utilización lo han encontrado como masas de impregnación y de recubrimiento. Para la impregnación o recubrimiento por ejemplo de telas tejidas o no tejidas, las masas deben ser homogéneas y estar exentas de burbujas, para poder formar una capa uniforme. Las telas tejidas o las no tejidas, que son impregnadas o recubiertas con geles muestran una estructura no homogénea cuando los geles de impregnación o de recubrimiento contienen burbujas de aire o de gas. Con estas inhomogeneidades se influye desfavorablemente sobre la calidad del material.

No han faltado intentos de desarrollar procedimientos para la fabricación de geles de poliuretano exentos de burbujas. Hasta ahora, la desgasificación se realizaba de forma discontinua en un recipiente con agitador puesto bajo vacío. Aparte de que solo puede ser hecho funcionar de forma discontinua, este procedimiento tiene otras varias desventajas. Sobre todo hay que criticar los largos tiempos de desgasificación, que pueden llegar hasta 12 y más horas. A causa de los largos tiempos de desgasificación no se puede evitar que también se evapore conjuntamente disolvente. Se llega a fenómenos de separación de la mezcla en sus componentes, y los geles obtenidos ya no son homogéneos. Frecuentemente se forma sobre la masa que ha de ser desgasificada una piel que conduce a dificultades en el tratamiento. Con mayores viscosidades, y con masas que contienen muchísimas burbujas, es difícil, por lo demás desgasificar las masas en medida satisfactoria.

Cuando la masa de recubrimiento, mezclada con



pigmentos colorantes, es desgasificada en un recipiente con agitador con los largos tiempos de permanencia según la forma de trabajo conocida, junto con las desventajas ya citadas anteriormente, aparece la dificultad de que los
5 pigmentos colorantes no se distribuyan o dispersan con suficiente homogeneidad en la masa de recubrimiento. Se llega con facilidad a la formación de aglomerados, y entonces incluso después de auxiliarse de molinos de abrasión, no es posible distribuir o dispersar homogeneamente en la ma-
10 sa los pigmentos que se presentan en forma de terrones más o menos grandes.

También son conocidas centrífugas de desgasificación. Sin embargo, con estas no se puede realizar de forma práctica una irreprochable desgasificación de geles de
15 poliuretano. Tampoco conduce al éxito deseado una desgasificación continua sobre chapas inclinadas que se encuentran bajo vacío. En efecto, los geles de poliuretano no fluyen de forma continua sobre las chapas en forma de una capa coherente y delgada, sino que la capa se rompe frecuentemente y resbala sin suficiente tiempo de permanencia sobre
20 las chapas hacia el recipiente colector. Además, se desliza o deposita material desde los bordes hacia el centro, con lo que después de un corto tiempo la masa de gel se mueve como en un canal, en lugar de sobre una ancha superficie, lo cual perjudica fuertemente al efecto de desgasificación.
25

Se ha encontrado ahora que se obtienen geles de poliuretano completamente exentos de burbujas, si se comprime de forma continua al gel cargados con burbujas de gas
30 bajo una presión de 1 a 5 atmósferas manométricas, a través



de una placa de toberas o de hileras con varios orificios de hileras dentro de un pozo puesto bajo vacío, se acumula en su fondo, se retira mediante una bomba, y se extrae bajo presión. Una extracción bajo presión está indicada porque pueden resultar burbujas de gas por una pequeña evaporación de disolvente. Por utilización de una presión apropiada, estas burbujas de gas son comprimidas, preferiblemente se extrae bajo una presión de 5 a 15 atmósferas manométricas.

10 Se ha mostrado que la presión antes de la hilera no debe pasar de 5 atmósferas manométricas, ya que de lo contrario no se tiene la seguridad de que los geles de poliuretano caigan verticalmente en forma de chorros coherentes y finos a través del pozo dentro del colector, y
15 no se desvien después de la salida y sean centrifugados contra la pared del tubo de desgasificación. De esta manera se reduce fuertemente el efecto de desgasificación, y existe el peligro de que los geles resulten no homogéneos por causa del tiempo de permanencia no uniforme. Por otra
20 parte, la presión que actúa sobre el gel de poliuretano antes de la hilera debe ser al menos de 1 atmósfera manométrica. Cuando se baja de esta presión ya no se forma, en efecto, ningún chorro fino en los orificios de las hileras sino que la masa cae en forma de terrones no coherentes y
25 no aparece una suficiente desgasificación. Según las leyes hidrodinámicas conocidas, existe la siguiente relación:
 Q proporcional a $n \cdot p \cdot d^3$, Q = cantidad, n = número de orificios de las hileras, p = pérdida de presión, d = diámetro de las hileras.

30 De acuerdo con el invento, se escoge la pérdida



de presión entre 1 a 5 atmósferas manométricas. El diámetro de los orificios de las hileras no debe pasar de de 1,1 mm.

Preferiblemente, los geles de poliuretano, antes de su paso o inyección a través de las hileras, son calentados hasta 15 a 50°C por debajo del correspondiente punto de ebullición del disolvente o agente de precipitación empleado. Se ha mostrado especialmente favorable que esta temperatura se encuentre 20 a 30°C por debajo del correspondiente punto de ebullición del disolvente o agente de precipitación. Si esta temperatura se encuentra a menos de 15°C por debajo del punto de ebullición del disolvente o agente de precipitación a la presión utilizada para la desgasificación, existe el peligro de que el disolvente o el agente de precipitación se evapore en cantidades tales que aparezcan fenómenos de descomposición de la mezcla en sus componentes, y con ello se disminuya la calidad del gel de poliuretano. Evidentemente, es posible en muchos casos realizar la desgasificación también a temperaturas más bajas. Sin embargo, a temperaturas más bajas puede ocurrir que ya no se logre una desgasificación suficiente. En el margen preferido de temperaturas se asegura no obstante una excelente o irreprochable desgasificación, sin que aparezcan al mismo tiempo acciones secundarias indeseables. Son decisivos los puntos de ebullición de la mezcla de disolventes o de agentes de precipitación bajo la presión utilizada en la desgasificación. Si se escogen las condiciones de presión y de temperatura de manera que hierva el producto que ha de ser desgasificado, reinan entonces en efecto las condiciones óptimas para la desgasifi-



cación, pero sin embargo, por evaporación incontrolable del disolvente, aparece una indeseable concentración del gel, que conduce a la temida formación de aglomerados.

5 Según una forma de realización especial del procedimiento de acuerdo con el invento, los geles de poliuretano que han de ser desgasificados son homogeneizados y son llevados hasta temperatura elevada simultaneamente en un mezclador rápido antes del paso a través de las hileras.

10 Después de la salida de los orificios de las hileras, en el procedimiento según el invento la masa del gel cae en forma de chorros rectilíneos a través del pozo y se acumula en el colector. La distancia entre la hilera y la superficie del colector, del que depende el tiempo
 15 de permanencia del gel en el chorro descendente, puede ser hecho variar dentro de límites comparativamente amplios. Se logran buenos resultados con una longitud del pozo de 2 metros. El procedimiento de acuerdo con el invento se puede realizar también, sin más, cuando la separación entre
 20 las hileras y la superficie del colector es de 1 metro o de 3 metros.

La altura del colector es controlada mediante un apropiado indicador de nivel y puede ser regulada eventualmente utilizando dispositivos usuales. El nivel por encima
 25 de la bomba de engranajes extractora no debe bajar en este caso hasta un valor tan bajo que la bomba pueda arrastrar consigo aire fuera del espacio de desgasificación.

El procedimiento según el invento es apropiado para la desgasificación de geles de poliuretano, tal como
 30 se preparan utilizando los poliuretanos usuales y los di-



1968

solventes y agentes de precipitación conocidos para ello. Para la preparación del gel de poliuretano, el polímero es disuelto primeramente en un disolvente o mezclas de disolventes, tales como por ejemplo dimetilformamida, tetra-
5 hidrofurano, dimetilacetamida, sulfóxido de dimetilo, etc. Inmediatamente, se añade un agente de precipitación, que es totalmente, o al menos parcialmente, miscible con el disolvente, hasta que tiene lugar una separación en una fase de gel y en una fase líquida. Como agente de precipitación es apropiada por ejemplo el agua. Como muy buenos
10 agentes de precipitación se han mostrado también las soluciones salinas, que fueron preparadas utilizando el mismo disolvente que en la preparación de la solución de poliuretano. Son especialmente apropiadas, por ejemplo, las so-
15 luciones de nitrato de amonio. Con los geles de poliuretano, que han sido preparados según dicho procedimiento, se simplifica la posterior recuperación del disolvente desde la fase líquida separada.

Evidentemente, los geles de poliuretano pueden
20 contener otros polímeros, tales como por ejemplo poli(cloruro de vinilo) y copolímeros. La adición de otros materiales, tales como agentes de espesamiento o estabilizadores también es posible. Sin más, pueden estar presentes los aditivos en cantidades hasta de 30%.

25 Para la realización del procedimiento según el invento es apropiado el dispositivo representado en la figura 1.

Según el dibujo, los geles de poliuretano, que contienen burbujas de aire y de gas, pasan a través de la
30 entrada 1 a un depósito de reserva 2. Desde allí son lle-



vados por medio de una bomba de engranajes 3, a un mezclador rápido 4, en el que son homogeneizados y son agitados hasta que se han calentado hasta la temperatura deseada.

Desde el mezclador, la masa pasa por medio de una bomba

5 dosificadora 5, a través de la placa de hileras 7, a la torre de desgasificación 8, que está bajo vacío necesario.

La masa desgasificada se acumula en un colector, cuya altura o nivel está mostrado por el indicador de nivel 9.

10 Mediante la bomba de engranajes 10, el producto desgasificado es retirado por bombeo hacia el tratamiento ulterior.

6 y 11 son manómetros, 12 es una válvula de retención de presión.

El invento es explicado con más detalle mediante los siguientes ejemplos.

15

Ejemplo 1

Se empleó una solución al 20% en peso de poliuretano en un recipiente con agitador, y ésta fue precipitada a la forma de un gel en un mezclador rápido con una solución al 30% en peso de nitrato de amonio en dimetil-formamida. El agente de precipitación en exceso fue separado 20 subsiguientemente con una centrífuga. Se separaron aproximadamente 75 kg/hora de éste y el gel que contenía burbujas de aire, con un contenido de sólidos de aproximadamente 20% en peso, fue bombeado dentro del dispositivo de desgasificación antes descrito. Primero, el producto pasó a 25 un mezclador rápido (número de revoluciones o vueltas, aproximadamente 1000 r.p.m.), en el que fue homogeneizado y simultáneamente fue calentado hasta 40°C. Se puede lograr



una variación de la temperatura del producto por variación del número de vueltas del mezclador rápido. A través de una placa de hileras con 14 orificios de hileras y con un diámetro de los orificios de 1,1 mm cada uno, el producto fue bombeado a la torre de desgasificación. La presión antes de las hileras era de 2 atmósferas manométricas. En la torre de desgasificación reinaba un vacío de 40 torr. La extracción del producto desgasificado se verificó mediante una bomba de engranajes, bajo una presión de 10 atmósferas manométricas.

El producto así obtenido era totalmente homogéneo, estaba enteramente exento de burbujas, y podía ser bien aplicado mediante una cuchilla o espátula extendedora a la forma de capas de recubrimiento irreprochables.

Geles de poliuretano que, por el contrario contenían burbujas y no habían sido desgasificadas según el invento, no pudieron ser transformados en capas de recubrimiento para telas tejidas y no tejidas.

Ejemplo 2

Se preparó un gel en tetrahidrofurano con un contenido de sólidos de 20% en peso, de la forma antes descrita. Como agente de precipitación sirvió agua. 50 kg/hora de gel, que contenía emulsionado gas o aire, fueron bombeados en un mezclador rápido y fueron calentados hasta 30°C. Después de pasar a través de una placa de hileras con 6 orificios de hileras, cada uno de 1,1 mm, el producto llegó al pozo de desgasificación. La presión antes de la hilera era de 3 atmósferas manométricas, la presión inferior a la at-



mosférica o vacío en el pozo de desgasificación era de 500 torr. El producto, extraído con una bomba de engranajes bajo 15 atmósferas manométricas, era totalmente homogéneo y estaba enteramente exento de burbujas.

5 Esta solicitud que corresponde a la presentada en la República Federal Alemana el 1 de Febrero de 1967 bajo el número G 49.150X/39a 1, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

10

- N O T A -

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

15 1.- Procedimiento para la desgasificación de geles de poliuretano, caracterizado porque los geles de poliuretano que contienen burbujas de gas son comprimidos de forma continua bajo una presión de 1 a 5 atmósferas manométricas, a través de una placa de hileras con varios orificios
20 de hileras, dentro de un pozo situado bajo vacío, se acumulan en su fondo, son retirados por medio de una bomba, y extraídos bajo presión.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, ca-
3.1.68



racterizado porque se extrae el producto desgasificado bajo presión de 5 a 15 atmósferas manométricas.

3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque se calientan los geles de poliuretano, antes de su paso o inyección a través de las hileras, hasta 15 a 50°C por debajo del correspondiente punto de ebullición del disolvente o agente de precipitación utilizado.

4.- Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado porque se calientan los poliuretanos hasta una temperatura que está 20 a 30°C por debajo del correspondiente punto de ebullición del disolvente o agente de precipitación utilizado a la presión utilizada para la desgasificación.

5.- Procedimiento según las reivindicaciones 3 y 4, caracterizado porque los geles de poliuretano son homogeneizados y llevados a temperatura elevada simultáneamente en un mezclador rápido, antes del paso o inyección a través de las hileras.

6.- Procedimiento para la desgasificación de geles de poliuretano.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y con los fines que se han especificado.

12



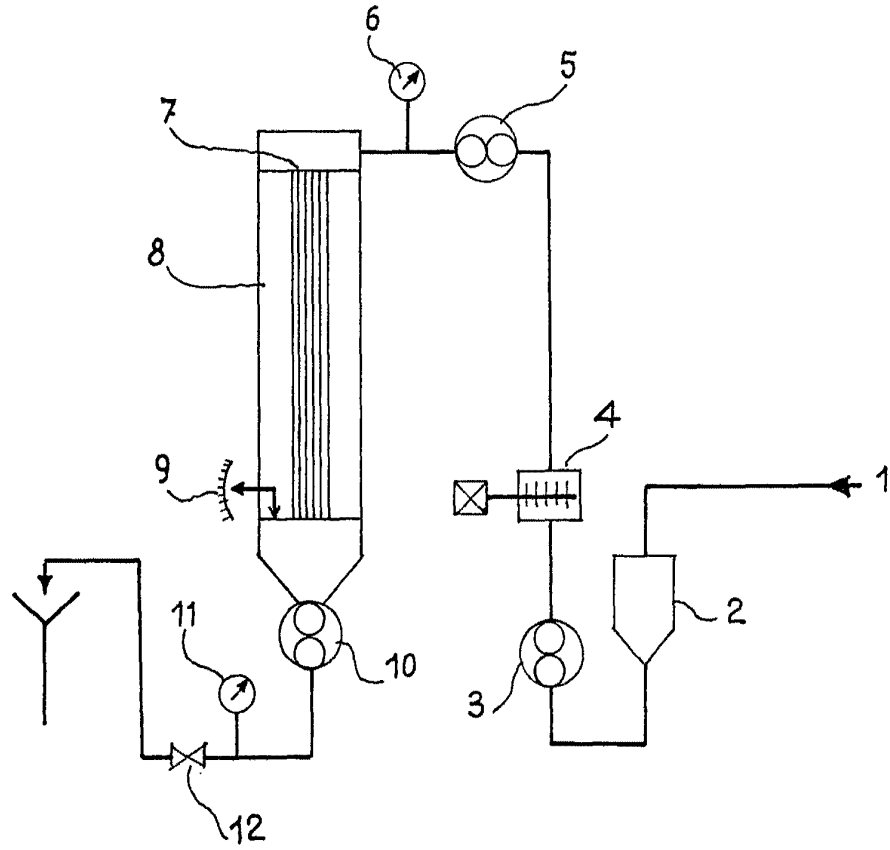
Esta Memoria consta de doce hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 12 ENE 1968

P.A.

Alberto de Elzabur

B.1.68
JJV.



ESCALA VARIABLE

Alberto de Elzavira
E.V. 1983