

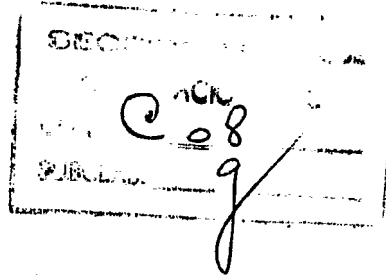
373817

P.- 43.272

Case Nº 780.246-C



Memoria descriptiva



para solicitar PATENTE DE INVENCION

por 20 años

a nombre de Olin Corporation

entidad / ~~de nacionalidad~~ norteamericana

con domicilio en 275 Winchester Avenue, New Haven, Connecticut, Estados Unidos de América.

por: "PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE UNA ESPUMA FLEXIBLE Y DENSIFICADA DE POLIURETANO" (Clase Internacional CO8g).

16.12.69



Esta invención se refiere a un procedimiento para controlar el grado de densificación en espumas de poliuretano seleccionadas, y a productos obtenidos por tal procedimiento.

5 La preparación de elastómeros de poliuretano se conoce desde hace muchos años. La Patente de Estados Unidos Nº 2.866.774 describe una técnica para preparar cauchos de poliuretano haciendo reaccionar un poliéter glicol de peso molecular 600 como mínimo con un poliisocianato orgánico. Aunque este tipo de elastómero de poliuretano es un tanto flexible, la densidad es generalmente mayor que 641 g/l y no se consigue fácilmente un control de la densidad durante el tratamiento. Por otra parte, los elastómeros de este tipo han de prepararse
10 generalmente por colada o moldeo por el procedimiento de cargas, en vez de hacerlo de una manera continua.

15 Las espumas de poliuretano satisfacen los requisitos de flexibilidad y coste, pero no satisfacen los requisitos de densidad, elasticidad y duración que los hacen adecuados para usos tales como refuerzos para materiales de recubrimiento de suelos, etc. Se han hecho intentos para aumentar la densidad de las espumas flexibles de poliuretano, pero las técnicas empleadas y los resultados obtenidos no han sido atractivos por diversas
20 razones.

25 Así, la Patente de Estados Unidos Nº 3.298.976 indica que pueden prepararse espumas flexibles de poliuretano que tienen densidades comprendidas aproximadamente entre 48 y 64,4 g/l por la incorporación de partículas de baritas en la mezcla de reacción en que se forma
30



el poliuretano. No obstante, además de requerir un ingrediente más, tales espumas de poliuretano son inadecuadas en aplicaciones en que se desean espumas flexibles de poliuretano más densas.

5 Se sabe también que la compresión de espumas de poliuretano sin un largo período de curado da lugar a una densificación permanente de la porción central de la espuma, lo que hace que la pieza sea inutilizable en su totalidad. Este efecto indeseable se cita en el Boletín de Información Técnica de Mobay Chemical Company
10 Núm. 38-F14, de fecha 25 de noviembre de 1959.

 Se ha encontrado recientemente que pueden prepararse espumas de poliuretano seleccionadas flexibles y densificadas empleando una combinación de etapas de
15 procedimiento críticas, relacionadas entre sí. Este procedimiento económico y comercialmente atractivo se describe con todo detalle en la solicitud de patente - española N^o 360.013 y la descripción completa de esta solicitud se incorpora aquí como referencia en su totalidad.
20

 En resumen, la solicitud de patente española describe un procedimiento para preparar espumas de poliuretano densificadas que tienen una densidad comprendida entre aproximadamente 24 y aproximadamente 240 g/l,
25 y preferiblemente entre aproximadamente 24 y aproximadamente 160 g/l, que comprende dejar que una mezcla de reacción formadora de espuma de poliuretano que tiene una densidad de libre expansión comprendida aproximadamente entre 12,8 y 64,1 g/l se expanda, formando así
30 un material alveolar parcialmente curado; mantener el

16.12.69



material alveolar parcialmente curado durante un período de tiempo crítico a una temperatura ambiente crítica y aplicar una fuerza de compresión al material alveolar parcialmente curado para reducir su volumen en una cantidad especificada. Por el término "densidad de libre expansión" en las reivindicaciones y en la Memoria descriptiva presente se entiende la densidad que tendría una espuma de poliuretano si se dejase expandir y curar la mezcla de reacción formadora de espuma sin la aplicación de una fuerza de compresión.

Las espumas de poliuretano densificadas resultantes se caracterizan por propiedades físicas superiores, y son adecuadas para una diversidad de aplicaciones, como se describe más completamente en la solicitud de patente española Nº 360.013. No obstante, en algunas realizaciones, las espumas de poliuretano densificadas pueden tener capas superiores e inferiores de espuma de poliuretano flexible menos densa. Si bien tales productos son deseables para uso en aplicaciones de almohadillado, otras aplicaciones requieren únicamente la porción densificada de la espuma de poliuretano. Así, se corta la espuma de poliuretano densificada para separar las capas externas indeseables o se emplea un agente espumante que contiene flúor en la formulación a fin de minimizar la presencia de tales capas.

Se ha encontrado ahora, de acuerdo con el procedimiento de esta invención, que la cantidad de espumas de poliuretano flexibles exteriores menos densas en el producto previamente descrito puede reducirse al mínimo o eliminarse aumentando la duración del período de



compresión. Se ha encontrado también que se pueden emplear adecuadamente medios de compresión calentados para reducir al mínimo el período de duración de la compresión requerido para eliminar del producto estas capas externas.

Más detalladamente, el procedimiento al que se refiere la presente invención, como se describe en la solicitud de patente española Nº 360.013, comprende aplicar una fuerza de compresión a una espuma de poliuretano parcialmente curada en cualquier momento después de terminada la expansión de la espuma, lo cual viene indicado por la aparición de burbujas en la superficie de la espuma, hasta aproximadamente 10 minutos después.

Durante el período de tiempo que transcurre entre la terminación de la expansión de la espuma sin curar y la aplicación de la presión, que se denomina más adelante "tiempo de compresión", el material alveolar parcialmente curado se mantiene dentro de un intervalo de temperatura ambiente crítico. Así, en el caso de que el tiempo de compresión esté comprendido entre 0 y aproximadamente 2,5 minutos, se emplean temperaturas comprendidas aproximadamente entre 7º y 204º C, preferiblemente entre 7º y 93º C, aproximadamente. Se utilizan intervalos de temperatura más estrechos en los casos en que el material alveolar parcialmente curado se mantiene durante un período de compresión más largo. Así, cuando el intervalo de tiempo está comprendido entre aproximadamente 2,5 y aproximadamente 5 minutos, se mantienen temperaturas comprendidas aproximadamente entre 7º y 93º C,



y preferiblemente entre 7° y 38°C aproximadamente, mientras que se emplean temperaturas comprendidas entre aproximadamente 7° y 43°C, y preferiblemente entre aproximadamente 7° y aproximadamente 29°C en los casos en que
5 transcurren de 5 a 10 minutos aproximadamente antes de la aplicación de una fuerza de compresión al material alveolar parcialmente curado.

Si es necesario, se emplean medios convencionales, tales como estufas y sistemas de refrigeración,
10 para producir las temperaturas deseadas.

En las operaciones comerciales, se prefieren particularmente operar en las condiciones del ambiente, y por ello se emplean temperaturas comprendidas aproximadamente entre 21°C y 43°C en dichas operaciones, mientras que se mantiene cualquier tiempo de compresión comprendido dentro del amplio campo que va de 0 a 10 minutos.
15

De acuerdo con el procedimiento de esta invención, se aplica luego una fuerza de compresión durante un período de tiempo que va desde 0,1 a 10 minutos, aproximadamente. Este período de tiempo, que se conoce en la memoria descriptiva y en las reivindicaciones de la misma como la "duración de compresión", es el período de tiempo durante el cual el material alveolar parcialmente curado se mantiene en su punto de flexión máximo deseado. Así, en los casos en que se emplean rodillos de aplastamiento como medio de compresión, el período de tiempo de la compresión se mide por el espacio de tiempo durante el cual se comprime la espuma hasta alcanzar la altura mínima preestablecida.
20
25
30



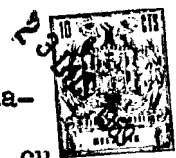
Cualquier medio de compresión adecuado, tal como rodillos, placas, etc., puede emplearse adecuadamente para comprimir el material alveolar parcialmente curado.

5 Se ha encontrado también, de acuerdo con esta invención, que calentando el medio de compresión a una temperatura comprendida aproximadamente entre 40° y 200°C se reduce al mínimo la duración de compresión previamente descrita requerida para eliminar las capas externas menos densas en el producto de espuma de poliuretano densificada. En la Patente de EE.UU. Nº 2.096.338 se describen placas calentadas ilustrativas, y la descripción de esta patente se incorpora aquí como referencia en su totalidad. Esta comprendido también dentro del objeto de esta invención el empleo de un medio de compresión calentado único, p.ej., la placa del extremo superior o la del fondo, cuando se desea un producto que tenga una sola capa externa menos densa.

20 Una vez que la espuma de poliuretano parcialmente curada se ha sometido a la presión del medio de compresión durante el período de tiempo deseado, la fuerza de compresión se retira y se completa la curación del material comprimido. Si bien se puede acelerar la curación por la aplicación de calor, tal tratamiento no es necesario en general, ya que la espuma se curará por completo en las condiciones del ambiente. Así pues, se entenderá que el acabado de la curación puede conseguirse con o sin el uso de temperaturas elevadas, y que ambos medios están abarcados por la etapa del procedimiento a la que se hace referencia en la descripción y en

17.12.69

las reivindicaciones adjuntas a la misma con las palabras "retirar la fuerza de compresión y completar la curación del material alveolar comprimido".



5 Una vez retirada la fuerza de compresión y acabada la curación, la espuma densificada puede recuperar una pequeña porción de la diferencia entre su altura inicial y el intervalo de compresión, dependiendo el grado de recuperación de las variables particulares del procedimiento. Por supuesto, como la espuma se ha densificado, es evidente que nunca recupera por completo sus dimensiones originales.

10 En la preparación de las composiciones de uretano densificadas de esta invención, puede emplearse lo que se conoce como "método en un solo paso", o la "técnica de semi-prepolímero" (técnica de "cuasi-prepolímero"). Cualquier combinación de polialcoholes, con inclusión de polialcoholes poliéter y polialcoholes poliéster, poliisocianato orgánico, agente espumante, catalizador y otros reactivos capaces de formar una espuma flexible de uretano, puede emplearse en la realización del procedimiento de esta invención, debiendo entenderse que el término "mezcla de reacción formadora de espuma de poliuretano" en la memoria descriptiva y en las reivindicaciones adjuntas incluye cualquiera de tales combinaciones, con la condición de que la mezcla de reacción formadora de espuma de poliuretano tenga una densidad de libre expansión comprendida aproximadamente entre 12,8 y 64,1 g/l. En la Patente de EE.UU. Núm. 3.072.582 y en la Patente de Canadá Nº 705.938 se describen formulaciones típicas.



Si bien, como se ha indicado arriba, pueden emplearse tanto polialcoholes poliéter como polialcoholes poliéster en la práctica de esta invención, las realizaciones preferidas utilizan los polialcoholes poliéter en la preparación de la mezcla de reacción formadora de la espuma de poliuretano. A fin de ilustrar adicionalmente formulaciones adecuadas, los polialcoholes poliéter útiles para la preparación del material de poliuretano de esta invención incluyen alcoholes polivalentes oxialcoholados que tienen un peso molecular comprendido en el intervalo que va entre aproximadamente 700 y aproximadamente 10.000 y preferiblemente entre aproximadamente 1000 y 6.000. El número de hidróxilo del polialcohol poliéter es generalmente menor de 250 aproximadamente, y preferiblemente estará comprendido aproximadamente entre 25 y 175. Estos alcoholes polivalentes oxialcoholados se preparan generalmente haciendo reaccionar en presencia de un catalizador alcalino, un alcohol polivalente y un óxido de alcoholeno tal como óxido de etileno, óxido de propileno, óxido de butileno, óxido de amileno, epíclorhidrina, y mezclas de estos óxidos de alcoholeno, bien sea por adición desordenada o por adición gradual.

Los alcoholes polivalentes adecuados para uso en la preparación del polialcohol poliéter incluyen etilenglicol, pentaeritrita, metil-glucósido, propilenglicol, 2,3-butilenglicol, 1,3-butilenglicol, 1,5-pentandiol, 1,6-hexanodiol, glicerina, trimetilolpropano, sorbita, sacarosa, mezclas de los mismos, y similares. Si se desea, una parte o la totalidad del alcohol poli



valente puede sustituirse por otro compuesto que tenga al menos dos átomos de hidrógeno reactivos, tal como alcohol aminas, alcoholenpoliaminas, aminas cíclicas, amidas, y ácidos policarboxílicos. Las alcohol aminas y alcoholenpoliaminas adecuadas incluyen metilamina, etilamina, propilamina, butilamina, hexilamina, etilendiamina, 1,6-hexanodiamina, dietilentriamina, y análogos. Asimismo, se pueden utilizar también aminas cíclicas tales como piperazina, 2-metilpiperazina y 2,5-dimetilpiperazina. Las amidas, tales como acetamida, succinamida y bencenosulfonamida, constituyen una clase más de tales compuestos de hidrógeno reactivo. Otra clase adicional de tales compuestos de hidrógeno reactivo la constituyen los ácidos di- y policarboxílicos, tales como ácido adípico, ácido succínico, ácido glutárico, ácido aconítico, ácido diglicólico, etc. Debe entenderse que el compuesto de hidrógeno reactivo puede ser uno que contenga diferentes grupos funcionales que tengan átomos de hidrógeno reactivos, tal como ácido cítrico, ácido glicólico, etanolamina, etc. Pueden emplearse también poliaminas aromáticas tales como toluendiamina. Son también adecuadas para uso en el procedimiento de esta invención mezclas de alcoholes polivalentes oxialcoholados.

Los poliisocianatos orgánicos utilizados en la preparación de la composición densificada de uretano de esta invención incluyen diisocianato de tolueno, tal como la mezcla 4:1 ó la mezcla 65:35 de los isómeros 2,4- y 2,6-, diisocianatos de etileno, diisocianato de propileno, bis-4-fenil isocianato de metileno, 4,4-diiso



cianato de 3,3-ditolueno, diisocianato de hexametileno,
1,5-diisocianato de naftaleno, poli(isocianato de poli
metilenfenilo), mezclas de los mismos, y análogos. La
cantidad de isocianato empleada en el procedimiento de
5 esta invención debe ser suficiente para proporcionar al
menos aproximadamente 0,7 grupos NVO por grupo hidróxi
lo presente en el sistema de reacción, lo cual incluye
el polialcohol así como también cualquier aditivo o a-
gente espumante empleado. Puede emplearse conveniente
10 mente un exceso del compuesto de diisocianato; sin embar
go, esto es generalmente indeseable debido al elevado
coste de los compuestos de isocianato. Es preferible,
por tanto, emplear suficiente isocianato para propor-
cionar como máximo aproximadamente 1,25 grupos NCO por
15 cada grupo hidróxilo, y preferiblemente entre 0,9 y 1,5
grupos NCO aproximadamente por cada grupo hidróxilo. La
relación de grupos NCO a grupos OH, multiplicada por 100,
se conoce como "índice".

Las espumas de poliuretano parcialmente cura-
20 das se preparan en presencia de un agente espumante, ca
talizadores de la reacción, y preferiblemente una peque
ña proporción de un agente tensoactivo convencional. El
agente espumante empleado puede ser cualquiera de los
conocidos como útiles para este fin, tales como agua,
25 así como agentes espumantes orgánicos que contienen has
ta aproximadamente siete átomos de carbono, tales como
los hidrocarburos halogenados, alcanos de peso molecular
inferior, alquenos, éteres y mezclas de los mismos. Los
hidrocarburos halogenados típicos comprenden los siguien
30 tes, pero sin limitarse a ellos: monofluorotriclorometano,



diclorofluorometano, difluorodiclorometano, 1,1,2-tricloro-1,2,2-trifluoroetano, diclorotetrafluoroetano, cloruro de etilo, cloruro de metileno, cloroformo, y tetracloruro de carbono. Otros agentes espumantes útiles incluyen alcanos, alquenos y éteres de peso molecular inferior tales como metano, etano, etileno, propano, propileno, pentano, hexano, heptano, éter etílico, éter diisopropílico, mezclas de los mismos, etc. La cantidad de agente espumante empleada puede variarse dentro de un amplio intervalo. Generalmente, sin embargo, los hidrocarburos halogenados se emplean en una cantidad que va desde aproximadamente 1 a 50 partes en peso por cada 100 partes en peso del polialcohol, y el agua se emplea generalmente en una cantidad comprendida aproximadamente entre 1,0 y 6,0 partes en peso por cada 100 partes en peso del polialcohol.

Las espumas de poliuretano parcialmente curadas se preparan en presencia de una cantidad catalítica de un catalizador de reacción. El catalizador empleado puede ser cualquiera de los catalizadores conocidos como útiles para este propósito, o mezclas de los mismos, con inclusión de aminas terciarias y sales metálicas, particularmente sales estannosas. Las aminas terciarias típicas comprenden las siguientes, pero sin limitarse a ellas: N-metilmorfolina, N-hidroxietilmorfolina, trietilendiamina, trietilamina y trimetilamina. Las sales metálicas incluyen, por ejemplo, las sales de antimonio, estaño y hierro, p.ej., dilaurato de dibutylestano, octoato estannoso, y análogas. Puede emplearse cualquier proporción catalítica de los catalizadores. Preferible



mente, se emplea como catalizador una mezcla de amina y sal metálica. El catalizador o mezcla de catalizadores, según cuál sea el paso, se emplea usualmente en una cantidad comprendida entre aproximadamente 0,05 y 5 aproximadamente 1,5, y preferiblemente entre 0,075 y 0,50%, en peso del polialcohol, aproximadamente.

En la preparación de los compuestos de poliuretano de la presente invención se prefiere emplear pequeñas cantidades de un agente tensoactivo convencional a fin de mejorar mas la estructura alveolar de la 10 espuma de poliuretano. Típicos de tales agentes tensoactivos son los aceites y jabones de silicona, y los copolímeros en bloque de siloxano-oxialcoholeno. La Patente de EE.UU. 2.834,748, y T.H. Ferrigno, Rigid Plastic Foams (Nueva York: Reinhold Publishing Corp., 1963), 15 pág. 38-42, describen varios agentes tensoactivos que son útiles para este propósito. Generalmente se emplean hasta 2 partes en peso del agente tensoactivo por cada 100 partes de polialcohol.

20 Pueden emplearse diversos aditivos que sirven para proporcionar diferentes propiedades; p.ej., se pueden añadir cargas tales como arcilla, sulfato cálcico, o fosfato amónico para reducir el coste y mejorar las propiedades físicas. Se pueden incorporar ingredientes 25 tales como tintes para proporcionar color, y fibra de vidrio, asbesto, o fibras sintéticas para proporcionar resistencia. Además, pueden agregarse plastificantes, desodorantes y anti-oxidantes.

30 Si se desea, la espuma flexible y densificada de poliuretano de esta invención puede prepararse por



cargas. Un procedimiento ilustrativo por cargas compren
de cargar los ingredientes formadores de espuma en un
recipiente convencional, dejar que la espuma complete su
expansión, permitir que expire el tiempo de curado mi-
5 entras que se mantiene una temperatura ambiente dentro
del campo crítico previamente descrito, separar el re-
cipiente del material alveolar parcialmente curado, y
aplicar después al mismo los medios de compresión. La
presión se aplica a la espuma durante el tiempo deseado
10 por medio de placas o rodillos para comprimirla hasta
dejarla reducida a entre $2/3$ y $1/10$ aproximadamente de
su volumen original, y se suprime después para permitir
que la espuma comprimida acabe de curarse.

No obstante, se prefiere, particularmente en
15 las operaciones comerciales, emplear un procedimiento
continuo para la preparación de las espumas flexibles
y densificadas de poliuretano de esta invención. Un pro-
cedimiento continuo, a título de ejemplo, comprende mez-
clar los ingredientes formadores de espuma en un cabe-
20 zal mezclador adecuado y llevar la mezcla resultante a
un transportador móvil que tiene medios de retención
laterales adecuados para contener los reactivos líqui-
dos. Los medios de retención laterales son necesarios
hasta que la espuma se gelifica lo suficiente para so-
25 portar su propio peso. A medida que progresa la reacción
al tiempo que avanza a lo largo del transportador, se
forman burbujas en la mezcla de reacción, lo cual da lu-
gar a un aumento de volumen y a la formación de un gel
poroso sin curar. Después que el gel poroso sin curar
30 se ha desplazado a lo largo del transportador durante



un tiempo de compresión predeterminado y a una temperatura ambiente apropiada, el material alveolar parcialmente curado resultante se hace pasar por un dispositivo de compresión apropiado, p.ej., un par de correas soportadas por rodillos de compresión rotatorios, ajustándose la longitud de las correas para conseguir la duración de compresión que se desea. En un punto más avanzado a lo largo del transportador pueden instalarse medios adecuados para cortar la espuma densificada de poliuretano.

Como se ha indicado anteriormente, las espumas densificadas de poliuretano de esta invención son particularmente adecuadas en aplicaciones seleccionadas. Por ejemplo, pueden utilizarse como plantillas y forros para zapatos; como refuerzo, bien sea como parte integral o como capa independiente, para baldosas compuestas de caucho, asfalto, asbesto de vinilo, vinilo, linóleo, elastómero de polietileno clorado, y otros; refuerzo y almohadillado de alfombras, sea como parte integral o como capa separada; para alfombras o felpudos compuestos de lana, nylon, algodón, rayón, acrilán, polipropileno, y otros tipos; juntas de todo tipo; aplicaciones de almohadillado de todo tipo incluyendo almohadillado de suelos para uso en ocupaciones que requieren permanecer en pie durante largo tiempo, afelpados para mesas o construcción de almohadillados para mesas, apoyos para llaves de instrumentos musicales (de lengüeta), aplicaciones de empaquetado de instrumentos delicados; usos en correas de transmisión, particularmente cuando es importante la resistencia química; cierres y juntas



de adorno para aplicaciones en automóviles, refrigeración
y otros usos; medios de filtración especiales; juntas
contra la intemperie; aislantes contra las vibraciones
con inclusión de soportes de motores; equipo para gimna
5 sia; macillos para construcción de pianos; llantas maci
zas para elevadores de horquilla, etc.; sistemas de te
chado, incluyendo utilización en laminados tales como
polietileno clorado; capas base para materiales de re
vestimiento de suelos como parte integral del revesti
10 miento; almohadillado y forros de cajas para instrumen
tos delicados; recubrimientos para rodillos industria
les; cabezas de elastómeros para martillos; revestimien
tos para cápsulas de botellas; construcción de tableros
para anuncios; juntas de cierre, tales como para bido
15 nes, cubos y otros recipientes; peldaños de escaleras
resistentes al desgaste y recubrimientos de suelos en
zonas de tráfico pesado; topes para muelles de carga y
usos similares; cepillos de borarrar para encerados; ex
primidores para diversas aplicaciones; escobillas de pa
20 rabrisas; felpudos para puertas; revestimientos resis
tentes al deslizamiento y al desgaste normal para pro
tección de lámparas, accesorios para pupitres, jarrones,
instrumentos, etc.; cintas sensibles a la presión; almo
hadillado de platos giratorios para fonógrafos; recubri
25 mientos de pedales de automóvil; amortiguadores de retro
ceso para armas de fuego; y almohadillados para automó
viles.

Los ejemplos que siguen se presentan para i-
lustrar la invención más completamente sin intención -
30 alguna de limitarla. Todas las partes y porcentajes son

373817

en peso a no ser que se indique otra cosa.



EJEMPLOS 1 - 6

5 Se preparó una formulación de espuma que tenía una densidad de expansión libre de 24 g/l aproximadamente, a partir de los siguientes ingredientes y en las proporciones siguientes:

	<u>Ingredientes</u>	<u>Proporciones</u>
10	Glicerina oxipropilada (peso molecular 3000)	100
	Agua	4
	Agente Tensoactivo de Silicona * (Dow Corning DC-190)	1,5
	Trietilendiamina	0,10
15	Octoato Estannoso	0,25
	Diisocianato de Tolueno (80% de isómero 2,4-; 20% de isómero 2,6-; índice 105)	49,8

‡ Este agente tensoactivo es un copolímero en bloque de un polidimetilsiloxano y una resina de poliéter.

20 Utilizando la formulación anterior, se prepararon seis espumas, identificadas como Ejemplos 1-6, respectivamente, vertiendo cada espuma en una caja cuadrada de cartón que tenía aristas de 20 cm. y una altura de 10 cm. dejando que transcurriese un tiempo de compresión de 90 segundos a 24°C después de completarse la expansión. Se retiró la caja y la espuma, que se había expandido hasta alcanzar una altura de 10 cm., se comprimió en las condiciones del ambiente en una prensa de mano provista de un separador de 2,5 cm. La duración de la compresión fué diferente para cada espuma, como



se indica en la tabla que sigue. Una vez terminado el período de compresión, se dejó que todas y cada una de las espumas se curasen completamente y se determinó el espesor de la capa densificada y de las capas externas poco densas. La densidad de las capas densificadas es 5 taba comprendida entre 64,1 y 88,2 g/l aproximadamente.

17.12.69

ESPESOR (mm) DESPUES DE LA COMPRESION :

Ejemplo	Duración de la compresión (seg.)	Altura Total	Núcleo Denso	Capa Superior	Capa del fondo	Espesor total no-densificado
1	5	50,8	25,4	12,7	12,7	25,4
2	30	38,1	25,4	7,9	3,2	11,1
3	60	34,9	25,4	6,3	3,2	9,5
4	120	31,7	28,6	3,2	0	3,2
5	300	30,2	27,0	4,8	0	4,8
6	600	30,2	30,2	0	0	0

Como se muestra en los Ejemplos 1-6, al aumentar la duración del período de compresión se reduce acusadamente el espesor de las capas externas poco densas. Como se ve en los Ejemplos 4, 5 y 6, cuando la compresión se aplicó durante al menos dos minutos, no pudo apreciarse capa alguna poco densa en el fondo de la espuma, y cuando se prolongó la compresión durante 10 minutos, no se apreció capa alguna poco densa en el fondo ni en la parte superior de la espuma.

373817





EJEMPLOS 7 - 19

Empleando la formulación de espuma de los Ejemplos 1 - 6, se prepararon trece espumas, identificadas como Ejemplos 7 - 19, respectivamente, vertiendo cada espuma en una caja de cartón cuadrada que tenía aristas de 20 cm. y una altura de 10 cm., dejando transcurrir un tiempo de compresión de 90 segundos a 24°C después que la aparición de burbujas en la superficie de la espuma indicó que había terminado la expansión. Se retiraron entonces las cajas y las espumas, que se habían expansionado hasta alcanzar una altura de 10 cm.; se comprimieron en una prensa Elmes provista de medios de calentamiento en ambas placas. Se colocó entre las placas un separador de 2,5 cm. a fin de que cada espuma se comprimiese hasta un espesor de 2,5 cm. durante el período de tiempo indicado en la tabla que figura a continuación. Las placas se calentaron en cada Ejemplo a la temperatura que se indica en la tabla. En el Ejemplo 19, se calentó sólo la placa del fondo para demostrar el efecto de un único elemento de compresión calentado sobre la estructura del producto.

Una vez completado el periodo de compresión, se dejó que las espumas se curasen por completo, y se determinó el espesor de la capa densificada y de las capas externas poco densas. Cada una de las capas densificadas tenía una densidad comprendida aproximadamente entre 64,1 y 88,2 g/l.

17.12.69

ESPESOR DESPUES DE LA COMPRESION (mm)

Ejemplo	Temp. °C	Duración de compresión (seg.)	Total	Núcleo denso	Capas No-densificadas Parte Supe- rior	Fondo	No-densificado Total
7	50	5	39,6	26,9	6,6	6,1	12,7
8	50	20	33,0	27,9	5,1	0	5,1
9	50	90	27,9	27,9	0	0	0
10	75	5	39,6	25,9	6,1	7,6	13,7
11	75	20	31,0	30,0	1,0	0	1,0
12	75	45	31,5	29,5	0	0	0
13	100	5	46,7	22,9	7,6	0	23,9
14	100	20	30,0	30,0	0	0	0
15	150	5	34,5	27,9	6,6	0	6,6
16	150	20	36,8	36,8	0	0	0
17	175	5	34,5	23,9	7,1	3,5	10,7
18	175	10	31,0	31,0	0	0	0
19	100/25	20	34,0	25,9	8,1	0	8,1

(fondo/parte superior)

54119
5817



22 FEB 1972



Como se indica en la Tabla, al calentar los medios de compresión se reduce al mínimo la duración de compresión requerida para la densificación completa de la espuma de poliuretano parcialmente curada.

5 Esta solicitud que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de América el 29 de Noviembre de 1968, Nº 780.246, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

10

REIVINDICACIONES

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

15

1.- Procedimiento de preparación de una espuma flexible y densificada de poliuretano que tiene una densidad comprendida aproximadamente entre 24 y 240 g/l, mediante las etapas de a) introducir una mezcla formadora de espuma de poliuretano que tiene una densidad de libre expansión comprendida aproximadamente entre 12,8 y 64,1 g/l en una zona de reacción y dejar que la mezcla se expanda, formándose así un material alveolar parcialmente curado; b) aplicar una fuerza de compresión al material alveolar parcialmente curado en un período de tiempo comprendido entre 0 y aproximadamente 10 minutos después de completarse la expansión, a fin de c) reducir de este modo el volumen del material alveolar parcialmente curado hasta dejarlo comprendido entre $\frac{2}{3}$ y $\frac{1}{10}$ aproximadamente de su volumen original; y d) retirar la

20

25

30

22 FEB 1972



fuerza de compresión y completar la curación del material alveolar comprimido; con la condición de que cuando el período de tiempo entre la terminación de la expansión y la aplicación de la fuerza de compresión está comprendida entre 0 y aproximadamente 2,5 minutos, el material alveolar parcialmente curado se mantiene a una temperatura ambiente comprendida aproximadamente entre 7° y 204°C durante dicho período; cuando dicho período de tiempo está comprendido entre 2,5 y 5 minutos aproximadamente, el material alveolar parcialmente curado se mantiene a una temperatura parcialmente curado se mantiene a una temperatura ambiente comprendida aproximadamente entre 7° y 93°C durante dicho período; y cuando dicho período está comprendido aproximadamente entre 5 y 10 minutos, el material alveolar parcialmente curado se mantiene a una temperatura ambiente comprendida aproximadamente entre 7° y 38°C durante dicho período; formándose así una espuma de poliuretano poco densa; incluyendo el procedimiento la etapa que comprende aplicar dicha fuerza de compresión al material alveolar parcialmente curado durante un período de tiempo comprendido entre 0,1 y 10 minutos aproximadamente, con lo cual se controla el espesor de la capa exterior de espuma.

2.- El procedimiento de la reivindicación 1, en el cual la temperatura de los medios de compresión se mantiene aproximadamente entre 40° y 200°C durante el período de compresión.

3.- El procedimiento de la reivindicación 1, en el cual el polialcohol empleado en la preparación de dicha mezcla de reacción formadora de espuma de poliure-



tano es un polialcohol poliéter.

4.- El procedimiento de la Reivindicación 3, en el cual dicho polialcohol poliéter es un alcohol polivalente oxialcoholado que tiene un peso molecular comprendido aproximadamente en el margen de 700 a 10.000.

5.- El procedimiento de la Reivindicación 3, en el cual dicho polialcohol poliéter es glicerina oxipropilada.

6.- El procedimiento de la Reivindicación 3, en el cual el catalizador de reacción empleado en la preparación de dicha mezcla de reacción formadora de espuma de poliuretano es una mezcla de una amina y una sal estannosa.

7.- El procedimiento de la Reivindicación 1, en el cual dicha mezcla de reacción formadora de espuma de poliuretano comprende glicerina oxipropilada que tiene un peso molecular comprendido en el campo de 1.000 a 6.000 aproximadamente, diisocianato de tolueno, agua y una mezcla de una amina y una sal estannosa.

8.- Procedimiento de preparación de una espuma flexible y densificada de poliuretano que tiene una densidad comprendida aproximadamente entre 24 y 240 g/l, mediante las etapas de a) cargar continuamente una mezcla de reacción formadora de espuma de poliuretano que tiene una densidad de libre expansión comprendida aproximadamente entre 12,8 y 64,1 g/l en una zona de reacción móvil y dejar que la mezcla se expanda, formándose así un material alveolar parcialmente curado; b) transportar dicho material alveolar parcialmente curado hasta medios de compresión en un periodo de tiempo

373817



comprendido entre 0 y 10 minutos aproximadamente después de completarse la expansión, a fin de c) reducir el volumen del material alveolar parcialmente curado hasta dejarlo comprendido entre $2/3$ y $1/10$ aproximadamente de su volumen original; y d) retirar dicho material alveolar de dichos medios de compresión y completar la curación del material alveolar comprimido; con la condición de que cuando el período de tiempo transcurrido entre la terminación de la expansión y la aplicación de la fuerza de compresión está comprendido entre 0 y 2,5 minutos aproximadamente, el material alveolar parcialmente curado se mantiene a una temperatura ambiente comprendida entre 7° y 204°C durante dicho período; cuando dicho período de tiempo está comprendido entre 2,5 y 5 minutos aproximadamente, el material alveolar parcialmente curado se mantiene a una temperatura ambiente comprendida aproximadamente entre 7° y 93°C durante dicho período; y cuando dicho período de tiempo está comprendido entre 5 y 10 minutos aproximadamente, el material alveolar parcialmente curado se mantiene a una temperatura ambiente comprendida aproximadamente entre 7° y 38°C durante dicho período, formándose así una espuma densificada de poliuretano que tiene una o más capas externas de espuma de poliuretano poco densa; incluyendo el procedimiento la etapa que comprende aplicar dicha fuerza de compresión al material alveolar parcialmente curado durante un período de tiempo comprendido aproximadamente entre 0,1 y 10 minutos, con lo cual se controla el espesor de la capa exterior de espuma.

30

9.- PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE UNA ESPU-

11.2.72

- 25 -

373817

22 FEB



MA FLEXIBLE Y DENSIFICADA DE POLIURETANO.

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

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

5

Madrid,

22 FEB 1972

P.A.

ASOCIACION DE INGENIEROS
POSTAL

11.2.72
NOM

- 26 -

373817