



SECCION TECNICA  
REGISTRACION S. P. C.  
CLASIFICACION C 08  
SIBILO G

PATENTE DE INVENCION

Le A 11 644-II-Sp.

383384

## Memoria Descriptiva

sobre:

Procedimiento para la obtención de poliuretanos espumados.

*Solicitante:* FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, entidad alemana, residente en: Leverkusen-Bayerwerk, Alemania.

Ya se conoce la obtención de materiales sintéticos que llevan grupos uretano, especialmente materiales espumados que llevan grupos uretano, haciendo reaccionar compuestos que llevan átomos de hidrógeno activos con poliisocianatos, en caso dado

5.

383384<sup>4</sup>



-2-

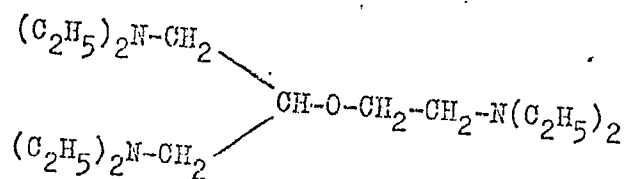
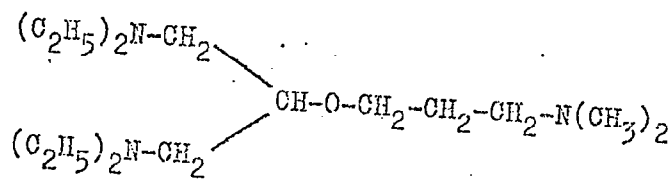
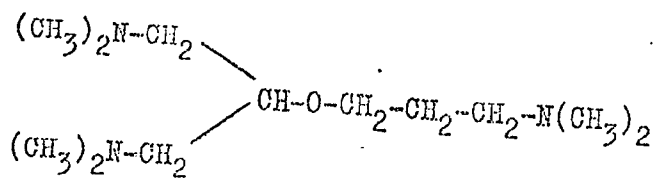
- empleando simultáneamente agua y/o espumantes activadores y emulsionantes así como aditivos ulteriores. Como activadores se han empleado aquí ante todo, además de compuestos organometálicos, aminas terciarias.
5. Ya se conocen procedimientos para la obtención de materiales sintéticos de poliuretano, especialmente también para la obtención de materiales espumados, empleando tales aminas terciarias por ejemplo, por la patente francesa 1 426 198 y la publicación de la solicitud
10. de patente alemana 1 030 558. En la obtención de materiales espumados mediante el empleo como activadores, de las aminas terciarias, hasta ahora conocidas por el actual estado de la técnica, se ha observado sin embargo que los tiempos de iniciación y de crecimiento de
15. los materiales espumados en muchos casos no son satisfactorios para una producción industrial. Esto ocurre también en la espumación en molde que, en su técnica, está dirigida a fabricar piezas moldeadas de un contorno definido para fines de aplicación muy especiales, por
20. ejemplo, para asientos de automóviles. También con los sistemas de activadores tradicionales era a veces extraordinariamente difícil cumplir las exigencias cada vez más severas de la industria correspondiente (por ejemplo, de la industria del automóvil) hacia una disminución extremadamente baja, después de una solici-
25. tación de recalcamiento continua, especialmente debido a que empleando los sistemas de activadores tradicionales, las piezas moldeadas de material espumado con la permeabilidad al aire necesariamente elevada solo se podía lograr con dificultad. Esta permeabilidad al aire
- 30.



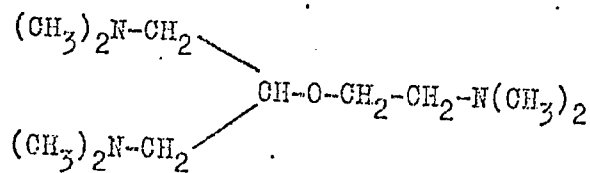
extremadamente alta es sin embargo una condición previa necesaria para cumplir las exigencias arriba mencionadas.

- Sorprendentemente se ha encontrado una nueva clase de compuestos que han demostrado ser activadores de alta eficacia para la fabricación de poliuretanos, especialmente materiales espumados de poliuretano, de compuestos con átomos de hidrógeno activo y poliisocianatos y que evitan los inconvenientes mencionados.
5. Los compuestos de la presente invención tienen la ventaja de que modifican en forma ventajosa los tiempos de reacción, muy especialmente el tiempo de iniciación, y también el tiempo de crecimiento y el tiempo de fraguado. Resulta posible por lo tanto, al emplear estos catalizadores, llevar el tiempo de reacción, mediante selección de la cantidad o de la clase de los compuestos de la presente invención, al nivel deseado para el correspondiente objeto de aplicación. Una ventaja técnica especial es que especialmente los compuestos organometálicos catalizadores de la reacción de reticulación de los materiales espumados ahora aparecen en forma deseada debilitados en su efecto directo, es decir, que es posible ampliar el margen de aplicación de los compuestos organometálicos sin que, al pasar de una permeabilidad al aire normal hacia la permeabilidad de aire extremadamente elevada exigida, se aumenta la tendencia al agrietamiento de los materiales espumados. Además se reduce también la tendencia hacia el encogimiento. De esta manera está dada para el fabricante de las piezas moldeadas de materiales espumados
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

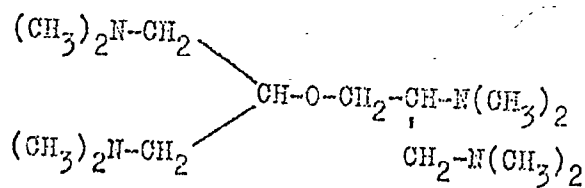


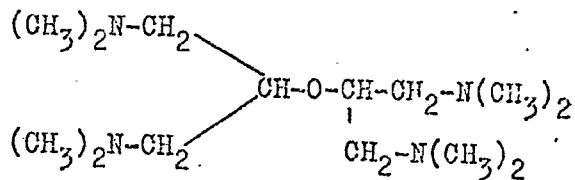


Tienen especial preferencia los compuestos de fórmulas

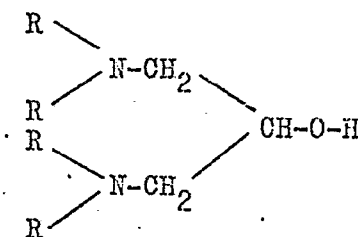


y/o

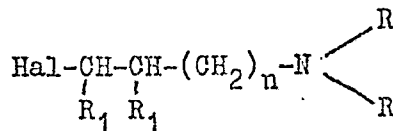




Los compuestos de esta clase se pueden obtener de distinta manera. Así, es por ejemplo posible hacer reaccionar las hidroxiaminas de fórmula general



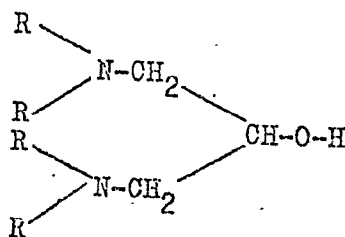
5. en la que R tiene el significado ya mencionado, en forma de sus alcoholatos metálicos, preferentemente alcoholatos de metal alcalino, con haluros dialquiloaminoalquílicos o haluros bis-(dialquiloaminoalquílicos) de fórmula general



10. en la que n, R y R<sub>1</sub> tienen los significados antes indicados, mediante disociación de haluro de metal, o también hacer reaccionar los compuestos de fórmula general



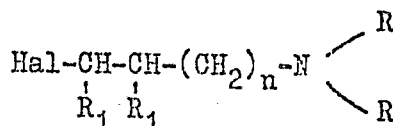
383384<sup>4</sup>



5.

en la que R tiene el significado ya mencionado, mediante calentamiento con un metal alcalino en un disolvente anhidro, tal como benceno, tolueno o xileno o por calentamiento con un hidróxido alcalino mediante eliminación continua del agua de reacción, por ejemplo, por vía azeotrópica, en el correspondiente alcoholato alcalino, cuya solución en un disolvente anhidro, por ejemplo, tolueno, por ejemplo bajo calor de ebullición se disuelve con un haluro de dialquilaminoalquilo, por ejemplo, de fórmula general

10.



15.

en la que n, R y R<sub>1</sub> tienen el significado ya indicado, en caso dado en solución o también con su hidrohhaluro, presentándose, mediante separación de haluro alcalino, la formación de los compuestos de la presente invención que, a continuación, se aislan en forma en sí conocida, por ejemplo, por destilación. Si los compuestos de la presente invención se preparan con ayuda de acrilonitrilo, entonces se trabaja en presencia de un catalizador alcalino, por ejemplo, un alcoholato alca-

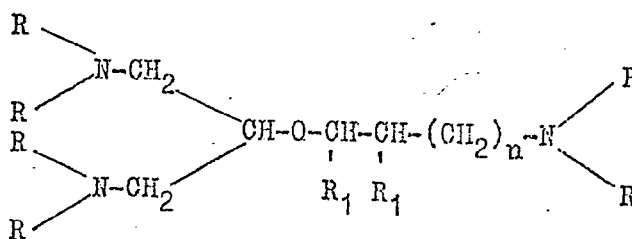


383384

lino, que, por ejemplo se puede preparar disolviendo reducidas cantidades de sodio metálico en el medio de reacción, y la hidrogenación del producto de adición se efectúa en forma en sí conocida, preferentemente en presencia de un catalizador de níquel Raney o de cobalto y bajo adición de amoníaco. La metilación o etilación del grupo amino primario, formado por hidrogenación, se efectúa convenientemente por vía catalíticamente reductiva con ayuda de formaldehído o bien acetaldehído e hidrógeno.

Como ya se ha mencionado anteriormente los compuestos de la presente invención representan activadores altamente activos para la obtención de poliuretanos, especialmente materiales espumados de poliuretano. Los productos de partida para la obtención de materiales sintéticos de poliuretano o bien de materiales espumados, son los compuestos que muestran átomos de hidrógeno activos y poliisocianatos.

La presente invención se refiere por lo tanto, a un procedimiento para la obtención de materiales sintéticos que contienen grupos uretano de compuestos con átomos de hidrógeno capaz de reacción, poliisocianatos, activadores y en caso dado ulteriores aditivos, caracterizado porque como activadores se emplean compuestos de fórmula general







Vieweg-Höchtlen, Carl Hanser Verlag, München, 1966, páginas 45 - 71. Los compuestos de alto peso molecular con átomos de hidrógeno activos muestran por lo general un peso molecular de 500 - 10.000.

5. Como poliéteres entran por ejemplo en consideración, los polipropilenglicoles puramente difuncionales o polifuncionales, siendo sin embargo igualmente posible emplear los polipropilenglicoles modificados en forma conocida con óxido etilénico. En este caso
10. los compuestos según la presente invención muestran su comportamiento catalítico tanto en aquellos poliéteres cuyos grupos hidroxilo secundarios en la posición final se transformaron por adición de óxido etilénico en grupos hidroxilo primario, como también aquellos
15. poliéteres que contienen la modificación por óxido etilénico en forma arbitraria mediante la polimerización de bloque o copolimerización dentro de la cadena. Lo mismo vale para los poliéteres que están modificados tanto dentro de la cadena como también al final
20. de la cadena con óxido etilénico u otros epóxidos.
- Como compuestos con átomos de hidrógeno reactivos entran también en consideración aquellos de la clase de bajo peso molecular con pesos moleculares por regla general hasta 500, por ejemplo, los polioles
25. de bajo peso molecular, los aminoalcoholes, las aminas, tales como butanodiol, hexanodiol, pentanodiol, trimetilolpropano, glicerina, aminoetanol, hexametilendiamina, que se pueden emplear, o bien solos, o también preferentemente en mezcla con los compuestos de
30. peso molecular más elevado con átomos de hidrógeno re-



- activos. Los compuestos polihidroxílicos tienen preferencia como productos de partida. Los poliisocianatos a emplear según la presente invención como productos de partida son aquellos de la clase conocida, tal y como se describen por ejemplo en "Hunststoffhandbuch" tomo VII, Vieweg-Höchtlen, Carl Hanser Verlag, München, 1966, en las páginas 76 - 94 y como también se mencionan por ejemplo, en la patente francesa 1 426 198. Tienen preferencia el toluileno-2,4- y -2,6-diisocianato o bien sus mezclas de isómeros, así como los polifenilpolimetil-poliisocianatos obtenidos por condensación de anilina/formaldehído y ulterior fosgenación, así como las mezclas de estos poliisocianatos con los toluilendiisocianatos mencionados. También tienen preferencia los difenilmetanodiisocianatos que llevan grupos carbodiimida, tal y como se obtienen, por ejemplo, según la patente alemana 1092007. También los productos de reacción, denominados como prepolímeros, de los compuestos que contienen átomos de hidrógeno reactivos arriba mencionados con poliisocianatos representan productos de partida según la presente invención para la obtención de poliuretano. En este caso es indiferente si se trata de prepolímeros de isocianato o de hidroxilo.
- Para la obtención de materiales espumados se emplean agentes de espumación y/o agua empleándose como agentes de espumación, por regla general, hidrocarburos fluorados tales como monofluor-triclorometano, difluor-diclorometano, pero también el cloruro metilénico u otros disolventes de bajo punto de ebullición, por ejemplo, acetona.
- 5.
  - 10.
  - 15.
  - 20.
  - 25.
  - 30.



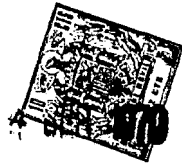
También se pueden incorporar aditivos de clase en sí conocida, por ejemplo, estabilizadores de material espumado, tales como copolímeros de bloque de polisiloxanos-oxalquileno, emulsionantes, tales como sulfonato de aceite de ricino, además colorantes, materiales de carga, pigmentos, reblandecedores.

- 5.
- Los compuestos según la presente invención se emplean como activadores para la obtención de poliuretanos, especialmente materiales espumados de poliuretanos, empleándose por lo general cantidades de 0,01 a 2,0% en peso, referido al compuesto polihidroxílico.
- 10.
- Es, sin más, posible emplear los compuestos de la presente invención junto con los activadores hasta ahora conocidos, ante todo con los compuestos organometálicos, especialmente los compuestos de estaño orgánico, tales como el octoato de estaño (II), dilaurato estannoso de dibutilo, naftenato de plomo. Una forma de ejecución preferente para la obtención de materiales espumados de poliuretano consiste en emplear los compuestos de
- 15.
- la presente invención en combinación con sila-aminas tal y como se mencionan por ejemplo en las publicaciones de solicitudes de patente alemanas 1 229 290 y 1 239 468.
- 20.

Los catalizadores de la presente invención son adecuados, tanto en forma pura, como también en combinación con los catalizadores tradicionales arriba mencionados, especialmente también para la activación de sistemas de materiales espumados que se obtienen según el procedimiento de espumación de bloque.

- 25.
- 30.
- Este procedimiento para la obtención de ma-

383384



-14-

5. teriales espumados difiere del procedimiento de espumación de molde porque se aplica en forma continua la mezcla de reacción sobre cintas de transporte donde se espuma. De esta manera es posible producir en forma continua bloques de material espumado no siendo necesario que los sistemas de materias primas empleadas en el procedimiento de espumación de molde y en el procedimiento de espumación en bloque se diferencian esencialmente entre sí. Los catalizadores de la presente invención muestran en tales sistemas sorprendentemente la ventaja técnica, en comparación con los sistemas de catalizadores tradicionales, de que activan en escala muy especial el tiempo de iniciación (Cream-time) y de esta manera influyen en forma muy favorable tanto el tiempo de espumado como también el así tiempo de fraguado.
- 10.
- 15.

20. Por tiempo de iniciación se entiende en la técnica de los poliuretanos el tiempo en segundos que necesita el sistema espumable para pasar desde el estado líquido al estado cremoso, ya algo más viscoso. Este tiempo de reacción depende en gran escala de la cantidad de agua empleada con la receta de cada caso, y es ante todo especialmente largo cuando se han de fabricar materiales espumados de elevado peso específico que contienen solo una pequeña cantidad de agua en la receta.
- 25.

30. El empleo adicional o exclusivo de los catalizadores de la presente invención en las formulaciones usuales varía esencialmente el comportamiento de reacción de la mezcla espumable en el tiempo de inicia-



- ción de la reacción, es decir, que acorta este tiempo de reacción considerablemente. Esto significa, sin embargo, para la producción una ventaja industrial extraordinaria. El acortamiento de este tiempo de reacción aporta también un acortamiento del trayecto de reacción en la cinta de transporte que se sigue moviendo en forma continua, es decir, que el trayecto de reacción se acorta en espacio. Al emplear los catalizadores de la presente invención en esta forma,
5. es posible por ejemplo, fabricar materiales espumados en tales máquinas que disponen solo de una cinta de transporte muy corta o que tienen sin embargo unas paredes laterales muy cortas. En tales máquinas era hasta ahora muy difícil o hasta imposible fabricar materiales espumados con alto peso específico con la seguridad de producción necesaria. Pero también en la técnica de trabajo con máquinas de dotación normal de la
10. cinta de transporte se logran ventajas. El acortamiento temporal y espacial del trayecto de reacción permite una guía segura de la cinta de transporte. Este acortamiento del trayecto de reacción permite simultáneamente el transporte más rápido del bloque espumado o, lo que según la presente invención es más importante, con igual velocidad de cinta de transporte trabajar
15. con mayor producción de poliol. La mayor producción de poliol, a su vez, permite al productor del material espumado fabricar bloques de material espumado mayores y con ello trabajar con mayor rentabilidad.
20. Así es, por ejemplo, posible, empleando una
25. mezcla de 90 partes en peso de 1,3-bis-dimetilamino-2-
- 30.

383384



-16-

- (2-dimetilamino-etoxi)-propano y 10 partes en peso de una silamorfolina, bajo las condiciones de la fabricación industrial de materiales espumados de poliuretano, aumentar el rendimiento en polioliol (poliéster del índice OH 49, peso molecular 3500) de 53 kg/min a 87 kg/min.
5. En esta espumación se emplearon por 100 partes de polioliol 2,4 partes en peso de agua. Hasta ahora no era posible, debido a la cinta de transporte de solamente 9 m. de longitud y las paredes longitudinales de solo 8 m de longitud, y empleando los activadores tradicionales usuales en el mercado, aumentar el rendimiento en polioliol por encima de 53 kg/min, ya que entonces la velocidad de la cinta de transporte - debido al trayecto de reacción largo - se habría de aumentar de tal manera que el bloque de material espumado, al abandonar las paredes laterales, no estaría lo suficientemente endurecido y fluiría hacia los lados.
- 10.
- 15.
- El empleo de solamente 0,05 partes en peso de la combinación arriba descrita, a emplear según la presente invención, de por ejemplo 1,3-bis-dimetilamino-2-(2-dimetilamino-etoxi)-propano y una silamorfolina, adicionalmente a los activadores tradicionales, permitió el acortamiento del trayecto de reacción bajo las condiciones mencionadas en casi 1 m. de manera que ahora la producción resulta posible con mayor rendimiento de polioliol. Los bloques de material espumado resultantes tienen un peso específico en bruto de 39 - 40 kg/m<sup>3</sup> y son, al trabajar según el presente método, en 9 cm. más altos. Se ha apreciado además que sin prolongar el trayecto de reacción y con un rendimiento de
- 20.
- 25.
- 30.



poliol igual de alto (87 kg/min), es, sin más, posible reducir los catalizadores tradicionales usuales en el mercado en aproximadamente un 30%.

- Los productos del procedimiento representan poliuretanos homogéneos y de forma celular. Como poliuretanos homogéneos entran ante todo en consideración los productos elastómeros que se pueden obtener según procedimientos en si conocidos, por ejemplo, según el procedimiento de colada, según el procedimiento termoplástico o según los procedimientos usuales en la técnica del caucho. Los poliuretanos celulares que se pueden obtener con ayuda de los compuestos de la presente invención como catalizadores son blandos, semiduros y duros y se pueden obtener, como ya se ha señalado, por ejemplo, según el método de la espumación de molde o espumación de bloque. Es también posible preparar con ayuda de los compuestos de la presente invención como catalizadores cuerpos moldeados de poliuretano con superficie compacta y núcleo en forma celular.

- Los poliuretanos obtenidos con ayuda de los compuestos de la presente invención como activadores tienen amplia aplicación, por ejemplo, como material de empaquetadura, como correas dentadas y ruedas dentadas, como revestimientos de embragues y acoplamientos, material para suelas, los poliuretanos celulares como materia para aislamiento térmico del calor o bien del frío, así como material de acolchamiento.

Ejemplo 1 -

1,3-bis-dimetilamino-2-(3-dimetilamino-propiloxi)-propano

- 730 g (5 moles) de 1,3-bis-dimetilamino-2-

383384



-18-

5. -hidroxi-propano se mezclan con 1,0 g de sodio y se calienta a 40°. Después de haberse disuelto el sodio se gotean en el plazo de una hora 292 g (5,5 moles) de acrilonitrilo, manteniéndose la temperatura mediante ligero enfriamiento a 40°. A continuación se sigue agitando la mezcla durante 3 horas a 40°. Después de agregar 5 cc de ácido clorhídrico concentrado se separa por destilación el acrilonitrilo sin reaccionar y el residuo se fracciona en vacío. A 74°/13 Torr se obtienen 120 g de producto de partida sin variar, después de una fracción intermedia de unos 6 g se obtienen 745 g de 1,3-bis-dimetilamino-2-(2-cian-etoxi)-propano de punto de ebullición 90°/0,1 mm Hg. El rendimiento, referido al 1,3-bis-dimetilamino-2-hidroxi-propano reaccionado, asciende a un 89,5% de la teoría.

10. Una mezcla de 597 g (3 moles) de 1,3-bis-dimetilamino-2-(2-cian-etoxi)-propano, 300 cc de tetrahidrofurano y 400 cc de amoníaco líquido se hidrogena en presencia de 30 g de cobalto Raney en un autoclave provisto de agitador, de 3 litros, a una temperatura de 80° y una presión de hidrógeno de 100 - 150 atmósferas. Después de aproximadamente una hora se ha recibido la cantidad de hidrógeno calculada. De la solución separada por filtración del catalizador se separa por destilación el disolvente y el amoníaco.

15. El residuo que queda, compuesto esencialmente de 1,3-bis-dimetilamino-2-(3-aminopropiloxi)-propano se calienta. Después de agregar 30 g de níquel Raney bajo una presión de hidrógeno de 150 atmósferas en un autoclave provisto de agitador a 80-85°. Mediante una

383384

-19-



1972

- bomba dosificadora se introduce en el autoclave una solución acuosa al 30% de formaldehído con una velocidad de 10 g/min., completándose continuamente el hidrógeno recibido después de bajar la presión a 100 atmósferas respectivamente. Cuando ya no se presente ninguna caída de presión más se interrumpe la alimentación de formaldehído. La cantidad bombeada asciende a unos 650 g de la solución al 30%. El contenido del autoclave liberado del catalizador, enfriado, se agita con 200 g de hidróxido sódico y la capa orgánica que se separa se fracciona en vacío. Se obtienen 610 g de 1,3-bis-dimetilamino-2-(3-dimetilamino-propiloxi)-propano de punto de ebullición 123<sup>o</sup>/13 mm Hg. El rendimiento, referido al 1,3-bis-(dimetilamino)-2-(cian-etoxi)-propano empleado asciende a un 88% de la teoría.

15.

Ejemplo 2 -

1,3-bis-dimetilamino-2-(2-dietilamino-etoxi)-propano.

- Una mezcla de 184 g (8 átomo-gramo) de sodio y 2 litros de tolueno absoluto se mezcla cuidadosamente con 1285 g (8,8 moles) de 1,3-bis-dimetilamino-2-hidroxi-propano. Cuando la temperatura ya no suba más se calienta hasta hervir hasta que el sodio se haya disuelto (duración 4 - 5 horas). A la solución hirviendo del alcoholato se le agrega en el plazo de una hora una solución de 1060 g (7,8 moles) de cloruro 2-dietilamino-etílico en 1,5 litros de tolueno y la mezcla se calienta durante otras 4 horas al reflujo. Después de enfriar se aspira del cloruro sódico precipitado y se lava a continuación con tolueno. El filtrado se destila a través de una columna de 60 cm. pri-

20.

25.

30.

383384



-20-

- meramente a 100 Torr para retirar el tolueno, después en el vacío total de las bombas de la trompa de agua. A 74<sup>o</sup>/13 Torr se obtiene el 1,3-bis-dimetilamino-2-hidroxi-propano sin reaccionar, sigue una pequeña fracción intermedia y después la fracción principal compuesta de 1,3-bis-dimetilamino-2-(2-dietilamino-etoxi)-propano de punto de ebullición 131<sup>o</sup>/13 mm Hg. Se obtienen 1585 g, lo que corresponde a un rendimiento del 83% de la teoría.
- 5.
10. Ejemplo 3 -  
1,3-bis-dimetilamino-2-(2-dimetilamino-etoxi)-propano.
- Una mezcla de 200 g (5 moles) de hidróxido sódico, 876 g (6 moles) de 1,3-bis-dimetilamino-2-hidroxi-propano y 900 cc de tolueno se calienta bajo interconexión de un separador de agua hasta hervir y se haya separado una capa acuosa de unos 90 cc. La solución del alcoholato sódico formado de 1,3-bis-dimetilamino-2-hidroxi-propano se mezcla a 100-105<sup>o</sup>, en el plazo de una hora con una suspensión de 346 g (2,4 moles) de hidrocioruro de cloruro 2-dimetilamino-etílico en 500 cc de tolueno. La mezcla se calienta a continuación aún durante 3 horas hasta hervir. De la solución separada por filtración del cloruro sódico precipitado se separa por destilación a 100 Torr el tolueno.
- 15.
- 20.
25. Fraccionado el residuo se obtienen 603 g de 1,3-bis-dimetilamino-2-hidroxi-propano del punto de ebullición 74<sup>o</sup>/13 mm Hg, unos 4 g de una fracción intermedia y 335 g de 1,3-bis-dimetilamino-2-(2-dimetilamino-etoxi)-propano del punto de ebullición 111<sup>o</sup>/13 mm Hg. El rendimiento asciende a un 64,2% de la teoría, referido al
- 30.



hidrocloruro de cloruro 2-dimetilamino-etílico empleado o bien a un 82,5% de la teoría, referido a 1,3-bis-dimetilamino-2-hidroxi-propano reaccionado.

Ejemplo 4 -

5. 1,3-bis-dimetilamino-2-(2,3-bis-dimetilamino-propiloxi)-propano (y bis-( $\beta$ ,  $\beta'$ -bis-dimetilamino-isopropil)-éter)

- Una mezcla de 321 g (2,2 moles) de 1,3-bis-dimetilamino-2-hidroxi-propano y 500 cc de tolueno absoluto se mezcla con 48 g (2,1 átomo-gramo) de sodio y se calienta hasta hervir hasta que el sodio se haya disuelto. Después se agregan en el plazo de una hora una solución de 329 g (2 moles) de 1,3-bis-dimetilamino-2-cloro-propano en 400 cc de tolueno y la mezcla se calienta durante otras 3 horas hasta hervir. Mediante destilación fraccionada de la solución separada por filtración del cloruro sódico precipitado se obtienen
10. 423 g de una fracción que hierve a 146-148<sup>o</sup>/13 Torr, que se compone de un 95% de 1,3-bis-dimetilamino-2-(2,3-bis-dimetilamino-propiloxi)-propano y un 5% de
15. bis-( $\beta$ ,  $\beta'$ -bis-dimetilamino-isopropil)-éter.
- 20.

Ejemplos 5 - 10 -

- 100 partes en peso de polipropileno-polieterileno-óxido-poliéter ramificado de peso molecular 3000 y el índice OH.56 con grupos hidroxilo primario parcialmente en la posición final se mezclan bajo las condiciones de la espumación mecánica con 34 partes en peso de una mezcla de toluilendiisocianato, compuesta de un 80% en peso de 2,4- y un 20% en peso de 2,6-toluilendiisocianato (Ejemplos 5 y 6) o bien con 43 partes en
25. peso de una tal mezcla de toluilendiisocianato (ejem-
- 30.

383384



-22-

5. plos 7 y 8) o bien con 49 partes en peso de una tal mezcla de toluilendiisocianato (ejemplos 9 y 10) así como con las cantidades de agua, estabilizador y catalizador mencionadas en la tabla 1. Los materiales espumados obtenidos muestran las propiedades mecánicas indicadas. Por los tiempos de espumado o bien de fraguado, que se aprecian en la tabla para los materiales espumados obtenidos, se aprecia el efecto catalítico superior del catalizador según la presente invención.
- 10.



303304

-23- Fin

-23-

T A B L A I

303304

Ejemplo	5	6	7	8	9	10
Agua (g)	2,3	2,3	3,4	3,4	4,0	4,0
Estabilizador de silicona hidrosoluble (g)	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	0,7
Trietilendiamina (g)	0,12	-	-	-	0,15	-
$(CH_3)_2N-CH_2-CH-O-CH_2-CH_2-N(CH_3)_2$ (g)	-	0,1	-	0,1	-	0,12
$(CH_3)_2N-CH_2-N-CH_2-CH_2-O-CH_2-CH_2-N-CH_3$ (g)	-	-	0,1	-	-	-
$CH_3-N-CH_2-CH_2-O-CH_2-CH_2-N-CH_3$ (producto comparativo) (g)	-	-	-	-	-	-
Monofluorotriclorometano (g)	5,0	5,0	-	-	-	-
Octoato de estaño (II) (g)	0,08	0,1	0,14	0,14	0,12	0,17
Tiempo de espumado (seg.)	130	120	120	100	30	30
Tiempo de fraguado (seg.)	10	10	20	20	10	20
Indice	100	100	100	100	100	100
Peso específico (kg/m <sup>3</sup> ) DIN 53420	33	33	34	34	29	27
Resistencia a la tracción (kg/cm <sup>2</sup> ) DIN 53572	0,8	1,0	1,1	1,4	1,1	1,2
Dilatación a la rotura (%) DIN 53572	150	160	160	230	200	280
Dureza al recalcamiento con un 40% de compresión (p/cm <sup>2</sup> ) (DIN 53577)	52	27	42	35	33	28
Elasticidad (%)	52	52	53	56	51	50
Deformación permanente con un 90% de deformación (%)	3,7	2,6	6,8	4,7	6,0	5,9
Dureza al recalcamiento	28	25	34	30	30	26
Deformación permanente 25%	57	51	45	38	41	28
Deformación permanente 50%	57	47	73	61	63	45
Deformación permanente 65%	19	15	20	16	18	16
Disminución de la dureza (%) según ensayo *)	2,5	2,4	4,6	4,4	6,0	5,4
Deformación permanente (%) según ensayo						

\*) Pérdida de dureza con un 50% de compresión después de 250.000 recalcamientos de un 50% a un 90% de la altura de las muestras con una frecuencia de 3 Hz.

707704

T A B L A I

Ejemplo	5	6
Agua (g)	2,3	2,3
Estabilizador de silicona hidrosoluble (g)	1,0	1,0
Trietilendiamina (g)	0,12	-
$(\text{CH}_3)_2\text{N}-\text{CH}_2$ $\searrow$ $\text{CH}-\text{O}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{N}(\text{CH}_3)_2$ (g) $(\text{CH}_3)_2\text{N}-\text{CH}_2$ $\swarrow$	-	0,1
$\text{CH}_3$ $\searrow$ $\text{N}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{N}$ $\swarrow$ $\text{CH}_3$ (g) $\text{CH}_3$ (producto comparativo) $\text{CH}_3$	-	-
Monofluortriclorometano (g)	5,0	5,0
Octoato de estaño (ll) (g)	0,08	0,1
Tiempo de espumado (seg.)	130	120
Tiempo de fraguado (seg.)	10	10
Indice	100	100
Peso específico ( $\text{kg}/\text{m}^3$ ) DIN 53420	33	33
Resistencia a la tracción ( $\text{kg}/\text{cm}^2$ ) DIN 53572	0,8	1,0
Dilatación a la rotura (%) DIN 53572	150	160
Dureza al recalcamiento con un 40% de compresión ( $\text{p}/\text{cm}^2$ ) (DIN 53577)	32	27
Elasticidad (%)	52	52
Deformación permanente con un 90% de deformación (%) (DIN 53572)	3,7	2,6
Dureza al recalcamiento 25%	28	25
50%	37	31
65%	57	47
Disminución de la dureza (%) según ensayo +)	19	15
Deformación permanente (%) según ensayo	2,5	2,4

+ ) Pérdida de dureza con un 50% de compresión después de 250.000 recalcamientos de un 50% a un 90% de la altura de las muestras con una frecuencia de 3 Hz.

-23- Bis



303304

	6	7	8	9	10
5					
3	2,3	3,4	3,4	4,0	4,0
0	1,0	1,0	1,0	1,0	0,7
.12	-	-	-	0,15	-
-	0,1	-	0,1	-	0,12
-	-	0,1	-	-	-
0	5,0	-	-	-	-
08	0,1	0,14	0,14	0,12	0,17
0	120	120	100	80	80
0	10	20	20	10	20
0	100	100	100	100	100
5	35	34	34	29	27
3	1,0	1,1	1,4	1,1	1,2
0	160	160	230	200	280
2	27	42	35	35	28
2	52	53	56	51	50
7	2,6	6,8	4,7	6,0	5,9
3	25	34	30	30	26
7	31	45	38	41	28
7	47	73	61	63	45
9	15	20	16	18	16
5	2,4	4,6	4,4	6,0	5,4

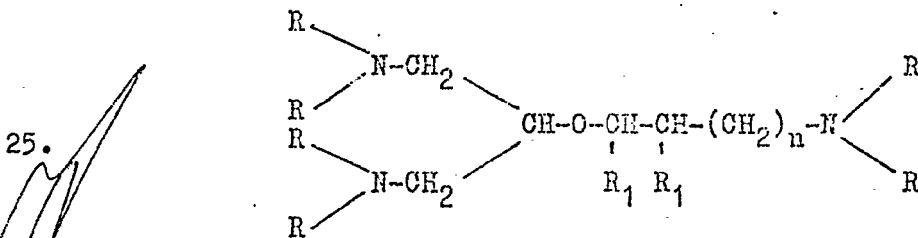
re-  
on



N O T A

5. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una Solicitud de Patente presentada en Alemania nº P 19 04.361.3 de 22 de octubre de 1.968, acogiéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre:
10. PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE POLIURETANOS ESPUMADOS; caracterizándose por lo siguiente:
- 15.

20. 1a - Procedimiento para la obtención de poliuretanos espumados, caracterizado porque comprende hacer reaccionar compuestos con átomos de hidrógeno reactivos, con poliisocianatos y, en caso dado, ulteriores aditivos, en presencia de compuestos de fórmula general:



en la que n es igual a 0 ó 1 y los sustituyentes R, que son iguales o diferentes, significan restos de me-

303304



tilo ó de etilo, los sustituyentes  $R_1$  significan, al ser  $n = 0$ , átomos de hidrógeno o un átomo de hidrógeno y un grupo metilo, etilo ó  $\begin{matrix} R \\ \diagup \\ N-CH_2 \\ \diagdown \\ R \end{matrix}$ , al ser  $n = 1$  sólomente átomos de hidrógeno, como activadores.

5.

2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque se hacen reaccionar, en presencia del citado activador, compuestos con átomos de hidrógeno reactivos, poliisocianatos, agentes de espumado y/o agua, y en caso dado, ulteriores aditivos.

10.

3ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque se hacen reaccionar, en presencia del citado activador en coordinación de sila-aminas, compuestos con átomos de hidrógeno reactivos, poliisocianatos, agentes de espumado y/o agua, y en caso dado, ulteriores aditivos.

15.

4ª.- Procedimiento para la obtención de poliuretanos espumados; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

20.

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

Madrid, - 4 SEP. 1970

FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT.

L. GOMEZ ACEBO Y MODEJ  
 n.º. Firmado: F. Hernández Ruiz