

Int. Cl.
Int. Cl. C08G

30 M



403331

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C
CLASE _____
SUBCLASE _____

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de una

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: E. I. DU PONT DE NEMOURS AND COMPANY

RESIDENCIA: WILMINGTON, Delaware, USA.

ENUNCIADO: UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION
DE UN ELASTOMERO DE POLIURETANO/PO--
LIUREA.

Prioridad: Patente estadounidense n.º 155.630 del 22-6-71

- 2 -
403331

30



1

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

5

10

Los poliuretanos obtenidos por vulcanizado de prepóli-
meros terminados en isocianato con diaminas están encontran-
do creciente uso en diversas aplicaciones que requieren elas-
tómeros colables. Estos poliuretanos están basados habitual-
mente en poli-isocianatos aromáticos como tolilen-di-isocia-
natos o 4,4'-metilen-bis(fenilisocianato). Sin embargo, re-
cientemente los poli-isocianatos alifáticos han adquirido
más importancia en la industria de los poliuretanos debido
al mejor color y mayor estabilidad hidrolítica de los poli-
uretanos formados a partir de los mismos; véase, por ejem-
plo, la patente estadounidense nº 3.456.037 de Hoeschele.

15

20

25

De los poli-isocianatos alifáticos, el 4,4'-meti-
len-bis(isocianato de ciclohexilo) (PICM), el di-isocianato de
éster metílico de lisina, el di-isocianato de isoforona y
el di-isocianato de 2,2,4-trimetilhexametileno están lla-
mando cada vez más la atención debido en gran parte a su ba-
ja volatilidad y a su disponibilidad. Los elastómeros prepa-
rados a partir de estos isocianatos, sin embargo, en gene-
ral no poseen propiedades físicas satisfactorias, especial-
mente compresión permanente y resistencia a la abrasión.
Además, los intentos para mejorar la compresión permanente
de estos elastómeros por medios convencionales, tales como
curado con un agente vulcanizante de funcionalidad superior,
v.g. una triamina, no han tenido éxito. A proporciones bajas
de triamina, la compresión permanente no mejora mientras que
a proporciones altas de triamina son afectadas adversamente
otras propiedades.

30

COMPENDIO DE LA INVENCION

Esta invención proporciona un elastómero de poli-



403331

1 uretano/poliurea preparado por un procedimiento que consis-
te en hacer reaccionar un 4,4'-metilen-bis(isocianato de
ciclohexilo) que contiene por lo menos alrededor del 60 %
de isómero trans-trans de 4,4'-metilen-bis(isocianato de
5 ciclohexilo) con un poliol, una poliamina aromática y agua,
siendo utilizados dichos di-isocianato, poliol y poliamina
en proporciones tales que: (a) hay alrededor de 1,4 a 4,0
equivalentes de di-isocianato por equivalente de poliol,
(b) la poliamina se utiliza en una cantidad de alrededor de
10 65-98 % de los grupos isocianato en exceso sobre los grupos
hidroxil y (c) se utiliza agua suficiente para reaccionar
con el exceso de equivalentes de grupos isocianato sobre los
equivalentes de grupos hidroxilo más amino.

DESCRIPCION DETALLADA

15 El di-isocianato utilizado en la preparación de
los poliuretanos/poliureas de esta invención es el 4,4'-me-
tilen-bis(isocianato de ciclohexilo) (PICM). Normalmente,
las composiciones de PICM contienen tres estereoisómeros,
el trans-trans, el cis-cis y el cis-trans y el PICM utili-
20 zado en esta invención debe contener por lo menos alrededor
de 60 % del isómero trans-trans. Los PICM que contienen al-
rededor de 70-85 % de isómero trans-trans son especialmente
preferidos ya que forman poliuretanos con propiedades físi-
cas especialmente buenas y pueden ser preparados cómodamen-
25 te a partir de materias fácilmente asequibles.

El PICM utilizado en esta invención se prepara por
fosgenación de la correspondiente 4,4'-metilen-bis(ciclohe-
xilamina) (PACM) por procedimientos conocidos en la técnica;
véanse, por ejemplo, las patentes estadounidenses números
30 2.644.007, 2.680.127 y 2.908.703. Las mezclas de isómeros



403331

1 de PACM que por fosgenación forman el PICM útil en esta in-
vención son también conocidas en la técnica y pueden ser
obtenidas por hidrogenación de metilendianilina en condicio-
5 nes suaves y/o por cristalización fraccionada de las mez-
clas de isómeros de PACM en presencia de agua y alcoholes;
véase, por ejemplo, la patente estadounidense nº 3.154.088
de Arthur.

Los poliéter-poliolés y poliéster-poliolés normal-
mente utilizados en la preparación de los elastómeros de
10 poliuretano pueden ser empleados en la preparación de las
composiciones de esta invención. Estos poliolés son prefe-
riblemente dioles pero pueden utilizarse en mezcla con los
dioles pequeñas cantidades de poliolés de funcionalidad su-
perior. Son poliolés representativos los polialquilen-éter-
15 glicoles como polietilen-éter-glicol, polipropilen-éter-gli-
col y politetrametilen-éter-glicol y los poliéteres prepara-
dos por copolimerización de éteres cíclicos como óxido de
etileno, óxido de propileno, óxido de trimetileno y tetra-
hidrofurano, con poliolés alifáticos como etilenglicol, 1,3-
20 butanodiol, dietilenglicol, dipropilenglicol, 1,2-propilen-
glicol y 1,3-propilenglicol; poliéster-glicoles preparados
por polimerización de lactonas cíclicas como ϵ -caprolacto-
na o por polimerización por condensación de un ácido dicar-
boxílico o de su equivalente de condensación y un exceso
25 molar de un poliol orgánico, siendo diácidos representativos
los ácidos succínico, glutárico y adípico y siendo poliolés
orgánicos representativos el etilenglicol, propilenglicol,
1,3-butanodiol, 1,4-butanodiol, 1,6-hexanodiol, neopentilgli-
col y mezclas de estos. Los poliuretanos a base de poliéster-
30 res presentan mayor resistencia al desgarró pero menor esta-

30 Jini



403331

1 bilidad hidrolítica debido a la tendencia de los poliésteres a hidrolizarse en presencia de agua. Los polioles preferidos tienen unos pesos moleculares de 600-2000 aproximadamente; son especialmente preferidos los polialquilen-éster-
5 polioles en este intervalo de pesos moleculares. Un poliol especialmente eficaz es el politetrametilen-éster-glicol con un peso molecular de alrededor de 1000.

También es posible emplear como parte del componente poliólico un poliol alifático con un peso molecular bajo
10 (inferior a 350 aproximadamente) tal como etilenglicol, 1,3-butanodiol, 1,4-butanodiol y dietilenglicol. Estos glicoles de bajo peso molecular son normalmente utilizados en cantidades de hasta alrededor del 50 % del peso del poliol total empleado. También pueden utilizarse aproximadamente en las
15 mismas proporciones pequeñas cantidades de polioles polifuncionales como trimetilolpropano y glicerol.

El componente poliólico se utiliza en una proporción tal que haya alrededor de 1,4-4,0 equivalentes de diisocianato por equivalente de poliol en la formulación.
20

Los agentes vulcanizantes amínicos utilizados en esta invención son poliaminas aromáticas. Se prefieren las diaminas pero pueden ser utilizadas con pequeñas cantidades de poliaminas de funcionalidad superior. La porción aromática de las aminas puede ser un sistema de un solo anillo como
25 en el benceno o un sistema de anillos condensados como en el naftaleno y en el fenantreno. Se prefieren las diaminas aromáticas exentas de sustituyentes negativos como cloro, bromo, nitro, carbometoxi y trifluormetilo; son ejemplos representativos la 4,4'-metilendianilina, las fenilendiaminas,
30 las tolilendiaminas, cumendiaminas, naftalendiaminas, benci-

30 MAY 1951
RECEIVED
OFFICE OF THE
SECRETARY OF THE
NAVY
WASHINGTON, D.C.

403331

1 dina, 3,3'-dimetilbencidina, 4,4'-metilen-bis(2-metilani-
lina) y 4,4'-metilen-bis(2-metoxianilina). También pueden
5 utilizarse poliaminas con sustituyentes negativos aunque
reaccionan más lentamente con los prepolímeros de PICM y
no dan resultados tan buenos como las aminas preferidas.
Son representativas de las poliaminas aromáticas negativa-
mente sustituidas la 4,4'-metilen-bis(2-cloroanilina), 4,4'-
metilen-bis(2-trifluormetil-anilina), 3,3'-diclorobencidina,
10 4,4'-metilen-bis(2-carbometoxianilina) o la composición poli-
amínica cruda preparada por condensación de alrededor de
1,3-2,0 moles de una mezcla de anilina y 2-cloroanilina con
formaldehído, en presencia de un ácido mineral, como se des-
cribe en la patente estadounidense nº 3.567.906 de Hoesche-
le. Las poliaminas se emplean en cantidad suficiente para
15 reaccionar con alrededor del 65-98 % y preferiblemente con
alrededor del 80-95 % de los grupos isocianato proporciona-
dos por el PICM en exceso sobre los grupos hidroxilo propor-
cionados por el poliol.

20 Los poliuretanos/poliureas de esta invención se pre-
paran habitualmente mezclando el PICM, el poliol y la polia-
mina y poniendo en contacto el producto resultante con agua
suficiente para reaccionar con el exceso de grupos isociana-
to presentes. Aunque el PICM, el poliol y la poliamina, e
25 incluso el agua, pueden ser mezclados simultáneamente en un
proceso en una sola etapa, el método preferido con mucho con-
siste en preparar un prepolímero terminado en isocianato ha-
ciendo reaccionar primero el PICM y el poliol, seguido de la
reacción (vulcanización o extensión de cadena) del prepolí-
mero resultante con la poliamina. La vulcanización con amina
30 se efectúa habitualmente calentando a unos 80-150°C durante



403331

1 una hora a 2 días aproximadamente. Los elastómeros prepara-
dos por el procedimiento que utiliza prepolímero presentan
unas propiedades considerablemente superiores a las de los
5 elastómeros "de una sola etapa". La mezcla efectiva de los
componentes puede realizarse continuamente o discontinuamen-
te. Los objetos colados se fabrican vertiendo en un molde
los ingredientes formadores del elastómero (habitualmente
una mezcla del prepolímero y la poliamina) y calentando pa-
ra efectuar la vulcanización con amina.

10 A no ser que todos los ingredientes se mezclen
prácticamente de forma simultánea como en el proceso "en
una etapa", la etapa final en la preparación de los elastó-
meros de esta invención consiste en poner en contacto la
15 formulación de PICM-poliol-amina con agua suficiente para
completar el producto vulcanizado. En los procesos que uti-
lizan el prepolímero, el agua puede ser agregada al prepoli-
mero con la amina o puede ser añadida después de que la ami-
na ha reaccionado con el prepolímero. El método preferido
de vulcanización con agua es post-vulcanizar un producto de
20 reacción moldeado de PICM-poliol-amina en una atmósfera que
contiene vapor de agua. El tiempo requerido para post-vulca-
nizar es función de la proporción de agua del ambiente y/o
de la temperatura. El tiempo requerido para la post-vulcani-
zación también puede ser variado empleando catalizadores que
25 promueven la reacción entre el agua y el isocianato. A una
humedad relativa del 100 % y a la temperatura ambiente, la
post-vulcanización se realiza en unos 4-5 días, sin utilizar
ningún catalizador. A 50°C y 100 % de humedad relativa, la
30 post-vulcanización dura alrededor de un día. La post-vulca-



403331

1 nización con vapor de agua dura alrededor de una hora. Si
se desea, las vulcanizaciones con amina y agua pueden efec-
tuarse simultáneamente en una estufa de vapor de agua a
unos 100-150°C.

5 Cuando se emplean catalizadores, los periodos ci-
tados necesarios para la post-vulcanización se reducen con-
siderablemente. El método preferido de post-vulcanización
del elastómero moldeado vulcanizado con amina en presencia
10 de un catalizador consiste en mantener el elastómero a la
temperatura ambiente en una atmósfera con una humedad rela-
tiva de alrededor del 30 % como mínimo, durante una semana
aproximadamente. Los catalizadores representativos para la
reacción entre el agua y el isocianato son los compuestos
15 de organoestaño como dilaurato de dibutilestaño; las sales
de estaño como octoato estannoso y cloruro estánnico; las
sales de plomo como naftenato de plomo; las aminas tercia-
rias como trietilendiamina y N,N,N',N'-tetrametilbutanodia-
mina; guanidinas como tetrametilguanidina, 2-decil-tetrame-
20 tilguanidina o 2-dodecil-tetrametilguanidina; y amidinas co-
mo 1,5-diazabicyclo[4.3.0]noneno-5 y N'-n-decil-N,N-dime-
tilformamidina. Se prefieren los compuestos de organoesta-
ño y las aminas terciarias. Estos catalizadores, que se uti-
lizan en proporciones de alrededor de 0,001-0,5 % en peso,
25 calculado sobre los pesos combinados de PICM, poliol y ami-
na, pueden ser mezclados en cualquier momento antes de la
gelificación con los ingredientes formadores del elastómero.
Ejercen poco o ningún efecto sobre la velocidad de la reac-
ción isocianato/amina. Los catalizadores se añaden preferi-
blemente al sistema en mezcla con el componente amínico.

30

Puede encontrarse más información relativa a las

POOR
QUALITY

30 MAR



403331

1 técnicas de mezclado, colada y vulcanización de los ingre-
dientes formadores de elastómeros de esta invención en las
columnas 7 y 8 de la patente estadounidense nº 3.456.037
de Hoeschele.

5 En cualquier momento durante la preparación de los
elastómeros de esta invención, pueden incorporarse por pro-
cedimientos conocidos en la técnica diversos aditivos neces-
arios para comunicar propiedades específicas, v.g. cargas,
estabilizantes, plastificantes, pigmentos, etc.

10 Los poliuretanos/ureas de esta invención son espe-
cialmente útiles como elastómeros colables para diversas
aplicaciones. Debido a su estabilidad hidrolítica, son espe-
cialmente útiles en las aplicaciones en las que el elastóme-
ro es expuesto a la humedad a temperaturas elevadas. Los
15 elastómeros de esta invención también poseen excelente re-
sistencia a la abrasión, a la fluencia y a la compresión
permanente. Por lo tanto, son muy adecuados para uso como
juntas, revestimientos para transportadores neumáticos y
vertederos, cintas transportadoras y en aplicaciones de re-
20 llenado y encapsulación.

La invención es ilustrada además mediante los si-
guientes ejemplos en las que todas las partes, proporciones
y porcentajes se dan en peso salvo indicación en contrario.

25 Para determinar las propiedades de los elastómeros
preparados en los ejemplos se emplean los siguientes méto-
dos ASTM:

30	Resistencia a la tracción	D 412
	Alargamiento a la ruptura	D 412
	Módulo al 100 %	D 412
	Módulo al 300 %	D 412



403331

1	Resistencia al desgarro	D 470
	Desgarro Trouser	D 470*
	Compresión permanente	D 395
	Resiliencia Bashore	D 1054
5	Dureza, Durómetro A	D 676
	Dureza, Durómetro D	D 1484

* Modificado mediante el uso de una muestra de 3,8 x 7,6 cm con un corte de 3,8 cm sobre el eje mayor de la muestra. Esta configuración evita la formación de "cuello" en el punto de desgarro.

10

EJEMPLO 1(a)

15

Se prepara un prepolímero calentando una mezcla de 980 partes de politetrametilen-éter-glicol (peso molecular medio numeral, alrededor de 980) y 524 partes de 4,4'-metilen-bis(isocianato de ciclohexilo) (PICM) conteniendo 70 % de isómero trans-trans, durante 2 horas a 120°C. Después el prepolímero se enfría a la temperatura ambiente y se mantiene en envases secos hasta que es necesario. El prepolímero tiene una proporción de NCO de 5,39 % por el método ASTM D 1638.

20

25

A 70 partes del prepolímero anterior calentadas a 90°C y contenidas en una vasija provista de un agitador a gran velocidad se añaden 8,46 partes de metilendianilina fundida y 0,07 partes de dilaurato de dibutilestano. La mezcla se agita durante unos 45 segundos y se vierte en moldes para preparar planchas para los ensayos físicos. La cantidad de metilendianilina utilizada es equivalente al 95 % de los grupos isocianato contenidos en el prepolímero. El elastómero moldeado es vulcanizado durante 6 horas a 100°C y ensa-

30

403331

30 MAY 1954



1 yado después de 7 días a 25°C y 50 % de humedad relativa.

Con fines comparativos se prepara un elastómero de control prácticamente por el mismo procedimiento, a excepción de que se utiliza PICM conteniendo alrededor de 50 % de isómero trans-trans en lugar del PICM al 70 % de trans-trans. Las propiedades físicas de ambos elastómeros están tabuladas a continuación:

	<u>Elastómero a partir de 70% de trans-trans</u>	<u>Control a partir de 50 % de trans-trans</u>
10 R. tracción (kg/cm ²)	478	422
Alargamiento a la ruptura, %	440	320
Módulo al 100 % (kg/cm ²)	118	117
Módulo a 300 % (kg/cm ²)	253	322
Desgarro, D 470 (kg/cm)	21	13
15 Desgarro Trouser [kg/cm (127 cm/ minuto)]	45	28
Compresión permanente, B, % (22 horas a 70°C)	36	54
Resiliencia Bashore, %	50	51
Dureza, Durómetro D	52	50

20 El elastómero de esta invención presenta mejoras sustanciales en la compresión permanente y en la resistencia al desgarro con respecto al control.

Se obtienen resultados prácticamente idénticos cuando las 0,07 partes de catalizador dilaurato de dibutil-estafío se sustituyen por 0,018 partes de N,N,N',N'-tetrametil-1,3-butanodiamina o de trietilendiamina.

Si el elastómero preparado a partir del PICM al 70 % de trans-trans se mantiene durante 7 días a 25°C en ausencia de vapor de agua en lugar de hacerlo a una humedad relativa del 50 %, la compresión permanente aumenta desde



403331

1 el 36 al 51 %, ilustrando la importancia de la etapa de
vulcanización con agua.

5 (b) Se preparan dos muestras de elastómero por el
procedimiento de este ejemplo, a excepción de que se utili-
za una cantidad equimolecular de di-isocianato de éster me-
tílico de lisina en lugar de PICM conteniendo 70 % de isó-
mero trans-trans en una de las muestras y una cantidad equi-
molecular de di-isocianato de isoforona en lugar de PICM en
la otra. Estos dos elastómeros tienen compresiones permanen-
tes del 58 % aproximadamente.

EJEMPLO 2

15 Se prepara un prepolímero haciendo reaccionar 980
partes de politetrametilen-éter-glicol (peso molecular me-
dio numeral, alrededor de 980) con 524 partes de PICM con-
teniendo 60 % de isómero trans-trans, durante 2 horas a
120°C. Se prepara un elastómero a partir de 100 partes del
prepolímero, 7,7 partes de 2,4-tolilendiamina fundida y
0,01 partes de dilaurato de dibutilestaño, por el procedi-
miento del Ejemplo 1. La cantidad de diamina es equivalente
al 95 % de los grupos isocianato en el prepolímero. El elas-
tómero moldeado es vulcanizado durante 6 horas a 100°C y en-
sayado después de 7 días a 25°C y 50 % de humedad relativa.

25 Con fines comparativos, se prepara un elastómero
de control prácticamente por el mismo procedimiento anterior,
a excepción de que se utiliza PICM conteniendo 20 % de isó-
mero trans-trans en lugar de PICM al 60 % de trans-trans.
Las propiedades de ambos elastómeros están tabuladas a con-
tinuación.

30



403331

	Elastómero a partir de 60% de trans-trans	Control a partir de 20% de trans-trans	
1			
	Resistencia a la tracción (kg/cm ²)	267	401
5	Alargamiento a la ruptura, %	340	330
	Módulo a 100 % (kg/cm ²)	117	102
	Módulo a 300 % (kg/cm ²)	240	352
	Desgarro, D 470 (kg/cm)	15	15
	Compresión permanente B, % (22 horas a 70°C)	36	50
10	Resiliencia Bashore, %	50	43
	Dureza, Durómetro D	52	53

La compresión permanente del elastómero de esta invención es sustancialmente mejor que la del control.

15 EJEMPLO 3

Se prepara una serie de cuatro elastómeros por el procedimiento del Ejemplo 1, mezclando 100 partes del prepolímero de PICM al 70 % de trans-trans preparado en el Ejemplo 1 con cantidades crecientes de metilendianilina. La metilendianilina se utiliza en las cantidades de 9,0, 10,8, 12,1 y 12,7 partes, que corresponden respectivamente al 70, 85, 90 y 100 % de los grupos isocianato en el prepolímero. Los elastómeros preparados a partir del 100 % de metilendianilina no están comprendidos dentro de los límites de esta invención y se incluyen como control. El dilaurato de dibutilestaño se utiliza a todas las proporciones en una cantidad de 0,1 partes. Los elastómeros son vulcanizados durante 6 horas a 100°C y ensayados después de 7 días a 25°C y un 50 % de humedad relativa. Las propiedades físicas de estos elastómeros están tabuladas a continuación.

20

25

30



403331

	<u>Metilendianilina, % de NCO en el prepolímero</u>			
	<u>70</u>	<u>85</u>	<u>95</u>	<u>100</u>
1 R. tracción (kg/cm ²)	390	432	485	359
5 Alargamiento a la ruptura, %	400	420	440	450
Módulo al 100 % (kg/cm ²)	111	113	118	113
Módulo a 300 % (kg/cm ²)	260	238	253	225
Compresión permanente B, % (22 horas a 70°C)	35	29	36	46
Resiliencia Bashore, %	52	52	50	50
10 Dureza, Durómetro D	53	52	52	53

15 Las propiedades físicas de estos cuatro elastómeros son aproximadamente iguales, excepto la compresión permanente que es considerablemente peor en el caso del polímero de control. Esto ilustra la importancia de la fase de vulcanización con agua.

EJEMPLO 4

20 Se prepara un prepolímero haciendo reaccionar 2260 partes de poli(70 etilen/30 propilen-adipato)glicol con un peso molecular medio de 2260 aproximadamente, con 524 partes de PICM conteniendo 70 % de isómero trans-trans, durante alrededor de 2 horas a 120°C. Se prepara un elastómero mezclando 100 partes de este prepolímero con 5,71 partes de 4,4'-metilendianilina en presencia de 0,1 partes de dilaurato de dibutilestaño, durante un minuto aproximadamente, a 100°C. Esta cantidad de metilendianilina corresponde al 95 % de los grupos NCO en el prepolímero. La mezcla se vierte en moldes y se vulcaniza durante 10 horas a 100°C. Después de permanecer en reposo durante 7 días a 25°C y 50 % de humedad relativa, el elastómero presenta las siguientes propiedades:

30

403331

30 PA



1	Resistencia a la tracción (kg/cm ²)	523
	Alargamiento a la ruptura, %	730
	Módulo al 100 % (kg/cm ²)	39
	Módulo a 300 % (kg/cm ²)	84
5	Desgarro, D 470 (kg/cm)	19
	Compresión permanente B, % (22 horas a 70°C)	35
	Resiliencia Bashore, %	46
	Dureza, Durómetro A	80

10 Si el elastómero se mantiene durante 7 días en ausencia de agua o si se omite el catalizador dilaurato de dibutilestano, la compresión permanente aumenta desde el 75 % al 45 % aproximadamente.

EJEMPLO 5

15 Se prepara un prepolímero haciendo reaccionar 2160 partes de polipropileno-éter-glicol (peso molecular medio numeral, alrededor de 2160) con 576 partes de PICM conteniendo 70 % de isómero trans-trans, en presencia de 0,08 partes de dilaurato de dibutilestano, durante 3 horas a 125°C. El prepolímero tiene un contenido en -NCO de 3,68 %.

20 Se prepara un elastómero mezclando 100 partes del prepolímero anterior con 8,24 partes de metilendianilina (equivalente al 95 % de los grupos NCO en el prepolímero) a 100°C, durante un minuto aproximadamente y vertiendo la mezcla resultante en moldes. La mezcla se vulcaniza durante 25 10 horas a 100°C y se ensaya después de 7 días a 25°C y 50 % de humedad relativa. El catalizador requerido para completar la vulcanización con agua bajo estas condiciones suaves es proporcionado por el catalizador presente procedente de la preparación del prepolímero. El elastómero resultará

30

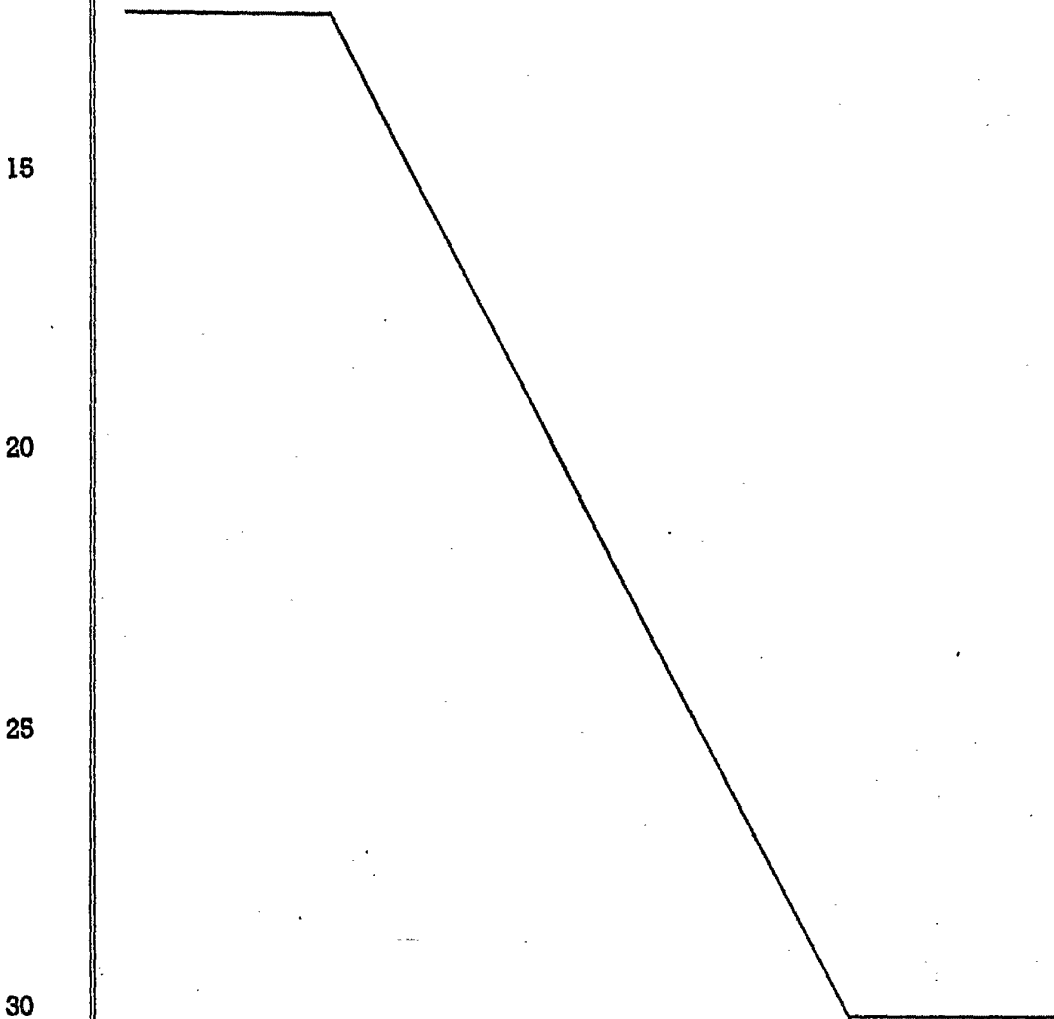


403331

1 te tiene las siguientes propiedades:

Resistencia a la tracción (kg/cm ²)	148
Alargamiento a la ruptura, %	750.
Módulo a 100 % (kg/cm ²)	46
5 Módulo al 300 % (kg/cm ²)	74
Desgarro, D 470 (kg/cm)	16
Compresión permanente B, % (22 horas a 70°C)	35
Resiliencia Bashore, %	52
Dureza, Durómetro A	80

10 En resumen, la Patente de Invención que se solicita deberá recaer sobre las siguientes:





403331

1

REIVINDICACIONES

5

10

15

20

25

30

1. Un procedimiento para la preparación de un elastómero de poliuretano/poliurea por reacción de sustancias reaccionantes que contienen 4,4'-metilen-bis(isocianato de ciclohexilo) con un poliol, una poliamina aromática y agua, cuyo procedimiento está caracterizado porque las sustancias reaccionantes y sus proporciones están seleccionadas de forma que: (a) por lo menos alrededor del 60 % del 4,4'-metilen-bis(isocianato de ciclohexilo) es el isómero trans-trans, (b) hay alrededor de 1,4-4,0 equivalentes de di-isocianato por equivalente de poliol, (c) la poliamina es proporcionada en una cantidad de alrededor del 65-98 % de los equivalentes de isocianato en exceso sobre los equivalentes de poliol y (d) se utiliza agua en cantidad suficiente para reaccionar con los equivalentes de grupos isocianato en exceso sobre los equivalentes de poliol más poliamina.

2. Un procedimiento según la Reivindicación 1, caracterizado porque la vulcanización con agua se lleva a cabo poniendo en contacto el producto de reacción de di-isocianato-poliol-poliamina con vapor de agua en una atmósfera con una humedad relativa de alrededor del 30 % como mínimo.

3. Un procedimiento según la Reivindicación 1, caracterizado porque durante la etapa de vulcanización con agua se encuentra presente un catalizador de la reacción agua-isocianato.

4. Un procedimiento según la Reivindicación 1, caracterizado porque el di-isocianato y el poliol se hacen



403331

1 reaccionar primero para preparar un prepolímero terminado
en isocianato y posteriormente el prepolímero es vulcaniza-
do por reacción con la poliamina aromática y el agua.

5 5.- Se reivindica por último como objeto sobre
el que ha de recaer la Patente de Invención que se solici-
ta: UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UN ELASTOMERO
DE POLIURETANO/POLIUREA.

10 Todo conforme queda descrito y reivindicado
en la presente Memoria Descriptiva que consta de dieciocho
páginas mecanografiadas.

Madrid, 30 de Mayo de 1.972

BERNARDO UNGRIA

P.D.

15

20

25

30