

PATENTE DE INVENCION

ICI CASE Da 23979 -- SPAIN.

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

403735



Memoria Descriptiva

sobre:

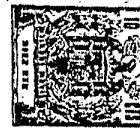
PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE COMPOSICIONES
DE TOLILENDIISOCIANATOS.

Solicitante IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED, entidad inglesa,
residente en Imperial Chemical House, Millbank,
Londres S.W.1., Inglaterra.

Int. Cl.². 0086

Esta invención se relaciona con un procedimien-
to para preparar composiciones de poliisocianatos a base
de tolilendiisocianato, útiles para la fabricación de
poliuretanos.

5. La fabricación de espumas de poliuretano a par-



5. tir de tolilendiisocianato es bien conocida, habiéndose utilizado para esta finalidad tanto el diisocianato destilado puro como el diisocianato bruto. Igualmente, se han utilizado los residuos de poliisocianato bruto que permanecen después de la separación de una proporción del diisocianato puro mediante destilación.

10. Se ha descubierto ahora que un tolilendiisocianato modificado, en el cual se ha introducido un número de grupos uretonimina, es útil para la fabricación de espumas que tienen una útil combinación de propiedades.

15. Por lo tanto, de acuerdo con la presente invención, se proporciona una composición de tolilendiisocianato que contiene de 3 a 10 % de grupos uretonimina. Los grupos uretonimina se producen mediante reacción de un grupo isocianato con un grupo carbodiimida y pueden introducirse fácilmente en una composición de tolilendiisocianato, convirtiendo parte del isocianato a carbodiimida mediante una reacción standard, en la cual dos grupos isocianato reaccionan para formar un grupo carbodiimida y dejando entonces que los grupos carbodiimida reaccionen con otra porción del isocianato, para formar los grupos uretonimina.

20. La conversión de la proporción requerida del tolilendiisocianato a carbodiimida, puede conseguirse empleando cualquiera de los métodos conocidos para la preparación de carbodiimidas, por ejemplo, mediante calentamiento del diisocianato.

25. Sin embargo, es preferible que la carbodiimida se introduzca calentado el tolilendiisocianato en

30.

403735

- 3 -



- presencia de un catalizador para la reacción formadora de la carbodiimida ya que el empleo de un catalizador reduce la temperatura necesaria para formar la carbodiimida, evitando de este modo reacciones secundarias e incrementando el grado de control de la reacción. Para esta reacción se conoce ya un número de catalizadores y, en particular, se prefiere el empleo de un fosfato o fosfonato orgánico, una fosforeamida, fosfonamida o triarilamidofosfato, los cuales ya han sido descritos para la preparación de carbodiimidas a partir de isocianatos.
- 5.
- 10.

- Ejemplos representativos del grupo preferido de catalizadores, incluyen fosfato de trietilo, fosfato de tributilo, fosfato de trimetilo, fosfato de trifenilo, fosfato de trialilo, fosfonato de bis(β -cloroetil)vinilo, hexametilfosforeamida, N,N,N',N'-tetradodecil-dodecilfosfonamida y trifenilamidofosfato.
- 15.

- En la realización de la preparación de la composición de tolilendiisocianato de la presente invención, el tolilendiisocianato se trata preferiblemente con una cantidad catalítica de uno de los tipos de catalizadores indicados anteriormente. Si bien la cantidad de catalizador a emplear puede variar ampliamente, es preferible el uso de una cantidad dentro de la gama de 0,1 a 10 % en peso del material de partida de tolilendiisocianato.
- 20.

- Aunque la formación de los grupos carbodiimida puede tener lugar con ciertos catalizadores a temperatura ambiente, es preferible que la mezcla de isocianato y catalizador sea calentada a una temperatura de 40 a 220°C con el fin de que la reacción proceda a una velocidad razonable. El grado de calentamiento o el tiempo
- 25.
- 30.



403735

de reacción necesario, dependerá del grado de conversión a carbodiimida que sea necesario, y éste será dependiente de la cantidad de uretonimina que se desea introducir en la composición de tolilendiisocianato. Las condiciones de reacción variarán con los diferentes catalizadores pero pueden determinarse fácilmente mediante experimentación.

5.

10.

15.

Los catalizadores del tipo de fosfato de trialquilo son los preferidos ya que permiten un mejor control de la reacción y son relativamente inactivos cuando permanecen a temperatura ambiente durante un largo periodo de tiempo. Aunque ya se conocen catalizadores más fuertes, por ejemplo, óxido de fosfoleno, óxidos de fosfetano, estos catalizadores tienden a producir carbodiimidias poliméricas y son muy activos a temperatura ambiente y en consecuencia se hace necesario su separación en el caso de que se desee obtener un producto estable.

20.

25.

30.

Una vez que los grupos carbodiimida han sido introducidos en la composición de tolilendiisocianato, tiene lugar la reacción entre los grupos carbodiimida y los grupos isocianato con la formación de grupos uretonimina. Con el fin de permitir que esta reacción avance hasta un punto en el que casi es completa, normalmente es necesario dejar reposar la mezcla de reacción durante cierto tiempo después del calentamiento, para que tenga lugar la reacción formadora de los grupos uretonimina. La conversión a uretonimina no llega a completarse normalmente de forma absoluta y a veces permanece en la composición una pequeña cantidad de carbodiimida que no se convierte a uretonimina a pesar de la presencia de



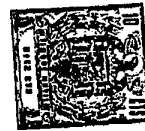
un exceso de isocianato. Esta carbodiimida puede encontrarse en forma de un dímero de carbodiimida.

5. A pesar de que la formación de los grupos carbodiimida y uretonimina puede realizarse mediante tratamiento del isocianato en un disolvente, esto no es normalmente necesario ya que los tolilendiisocianatos son en general líquidos.

10. Puede emplearse cualquier tolilendiisocianato para la formación de las presentes composiciones, y así pueden emplearse, por ejemplo, cualquiera de los tolilendiisocianatos isoméricos o mezclas de dichos isómeros, incluyendo las mezclas 65:35 hasta 80:20, aproximadamente, bien conocidas y disponibles en el comercio, de los 2,4- y 2,6-tolilendiisocianatos. Pueden utilizarse los
15. tolilendiisocianatos brutos o destilados así como los residuos que contienen tolilendiisocianato obtenidos después de la destilación de tolilendiisocianato a partir de un diisocianato bruto o parcialmente modificado.

20. Las composiciones que contienen tolilendiisocianatos de la presente invención, han resultado ser útiles para la preparación de espumas de poliuretano que tienen una gama valiosa de propiedades.

25. Por lo tanto, de acuerdo con una versión más de la invención, se proporciona un procedimiento para la preparación de espumas de poliuretano mediante un procedimiento de una sola vez, que comprende hacer reaccionar una composición de tolilendiisocianato como anteriormente se ha definido, con un poliéter que contiene dos o más grupos hidroxilo bajo condiciones tales que
30. se genere un gas formador de la espuma.



Esta otra versión se realiza mediante métodos conocidos en la técnica para la fabricación de espuma de poliuretano, mezclándose conjuntamente los ingredientes y avanzando la reacción entre el poliéter y el isocianato a medida que se genera el gas formador de espuma. El gas formador de espuma puede ser generado mediante cualquiera de los métodos conocidos. Por ejemplo, puede añadirse agua a la mezcla de reacción para reaccionar con el exceso de isocianato y generar dióxido de carbono. Un método alternativo comprende la incorporación, en la mezcla de reacción, de una sustancia de bajo punto de ebullición que se volatiliza a la forma de vapor mediante el calor exotérmico de la reacción. Los líquidos de bajo punto de ebullición que pueden ser empleados, incluyen halohidrocarburos alifáticos, tales como los fluorcarburos, por ejemplo, monofluortriclorometano. Igualmente, pueden usarse combinaciones de distintos métodos de generación del gas espumante.

En el presente proceso, pueden utilizarse los poliéteres que contienen dos o más grupos hidroxilo, con pesos moleculares de 3.000 a 10.000, incluyendo tanto los poliéteres lineales como los ramificados.

Como ejemplos, se pueden mencionar los poliéteres lineales preparados por la polimerización de un óxido de alquileo, tal como óxido de etileno u óxido de propileno, en presencia de un iniciador. Alternativamente, pueden emplearse poliéteres ramificados preparados mediante la poliadición de un óxido de alquileo a un compuesto que contiene átomos de hidrógeno activos, por ejemplo, trimetilolpropano, glicerol, hexanotrioles,



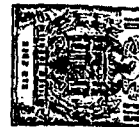
trietanolamina, etilendiamina, tolilendiamina, sorbitol y sucrosa. También pueden emplearse los copolímeros que contienen distintos componentes de óxidos de alquileno.

- Si se desea, pueden emplearse catalizadores conocidos para la reacción formadora de poliuretanos, así como surfactantes tales como copolímeros en bloque de polisiloxano-oxialquileno y otros aditivos incorporados en la fabricación de las espumas de poliuretano.
- 5.

- Igualmente, pueden incorporarse en la composición formadora de la espuma, agentes reticulantes, tales como, por ejemplo, trietanolamina, glicerol, trimetilolpropano y Quadrol.
- 10.

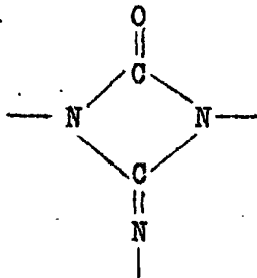
- En comparación con las espumas preparadas a partir de tolilendiisocianato no modificado, las presentes espumas poseen una elevada resiliencia, una curva de deformación-esfuerzo más lineal, tal y como se indica por un elevado factor SAG (relación de compresión-dureza, 65/25 %), unas propiedades auto-extinguidoras mejoradas y unos artículos de moldeo, preparados a partir de dichas espumas, que curan rápidamente sin la necesidad de un calentamiento externo.
- 15.
- 20.

- A pesar de que algunos de los efectos antes mencionados pueden obtenerse mediante el empleo de los llamados isocianatos "poliméricos" (es decir, residuos que contienen tolilendiisocianato después de la destilación del tolilendiisocianato puro del bruto), la modificación aquí descrita produce espumas de una compresión-dureza, propiedades de tracción y factor SAG, incrementadas, en comparación con las espumas preparadas a partir de dichos isocianatos "poliméricos", en los
- 25.
- 30.



cuales no se han introducido los grupos uretonimina.

La determinación del contenido en grupos uretonimina, y del contenido en grupos carbo-



diimida, $-N = C = N -$, se realiza comparando las densi-

5. dades ópticas de las absorciones infra-rojas a 1.360 cm^{-1} y 1.720 cm^{-1} (uretonimina) y a $2.120-50 \text{ cm}^{-1}$ (carbodiimida) con las densidades ópticas obtenidas con la uretonimina derivada de di-p-tolilcarbodiimida y 2,4/2,6-tolilendiisocianato, 80/20, en el caso de la uretonimina
10. y con di-p-tolilcarbodiimida para la carbodiimida.

La absorción de uretonimina a 1.720 cm^{-1} fué corregida para las absorciones mediante grupos biuret e isocianurato cuando éstos estaban presentes.

15. La invención se ilustra por los siguientes ejemplos, en los cuales todas las partes se indican en peso, a menos que se especifique lo contrario.

EJEMPLO 1

20. Se calientan, a 175°C , en presencia de 10 partes en volúmen de fosfato de trietilo, durante 40 horas, 500 partes en volúmen de tolilendiisocianato (la mezcla de isómeros 2,4 y 2,6. 80/20, disponible en el comercio), agitándose la mezcla de reacción con una corriente lenta de nitrógeno que pasa sobre la superficie. La mezcla se enfría bajo nitrógeno.

25. El análisis espectrográfico por infra-rojos, del producto, después de reposar durante 23 días, de-



- muestra la presencia de 6,04 % de grupos uretonimina y 1,38 % de grupos carbodiimida (con 0,44 % de grupos dímeros de carbodiimida). El contenido en isocianato de la composición, calculada a un peso molecular de 42, es del 36,4 %.

5. Se prepara una espuma (I) mezclando los siguientes ingredientes y permitiendo la reacción de los mismos en un molde.

	<u>Partes</u>
10. Polialquileneter de peso molecular 5.300, un glicerol oxipropilado terminado con óxido de etileno, teniendo 75 % de grupos hidroxilo primarios	100
Agua	3,0
Trietilendiamina	0,3
15. Trietilamina	0,5
Silicona L.532, un surfactante de siloxano/oxialquileno	3,0
La composición de isocianato descrita anteriormente	47,0

- Puesto que no es posible producir una espuma adecuada para su ensayo, utilizando la formulación anterior y el toliendisocianato sin modificar empleado como material de partida, se prepara una segunda espuma a partir del isocianato inicial, mezclando los siguientes ingredientes:

	<u>Partes</u>
25. Polioxialquileneter (como antes)	100
Agua	3,0
Octoato estannoso	0,125
Dimetilfeniletilamina	0,5
Silcocell 380, un surfactante de siloxano/oxialquileno	1,0
30.	



Partes

Agente emulsionante de octil- fenol oxietilado	1,0
2,4/2,6-tolilendiisocianato 80/20 (sin modificar)	35,6

5. Este isocianato o la espuma resultante (II) no poseen grupos uretonimina o carbodiimida.

La comparación de las propiedades físicas de las dos espumas, indica que la espuma I es auto-extinguible cuando se coloca una cerilla encendida sobre la superficie, mientras que la espuma II se quema; a continuación se proporcionan otras propiedades físicas:

	Espuma I	II
Densidad kg.m ⁻³	31	35
Factor SAG	3,4	2,4
15. Resiliencia, %	49	41

EJEMPLO 2

Al igual que en el ejemplo 1, se prepara una composición de tolilendiisocianato modificada con grupos uretonimina, pero se utiliza un periodo de calentamiento de 24 horas. El análisis infra-rojo, después de 23 días de reposo, demuestra la presencia de 4,1 % de grupos uretonimina y 0,16 % de grupos de dímeros de carbodiimida. El contenido en isocianato, para un peso molecular de 42, es del 40 %.

25. Se prepara una espuma de poliuretano flexible (III) a partir de este isocianato, empleando la siguiente formulación:

Partes

Poliéster como el usado en el ejemplo 1	100
30. Trietanolamina	7,5

403735



	<u>Partes</u>
Agua	3,0
Trietilendiamina	0,2
Trietilamina	0,3
5. Silicone L.532 (un surfactante de siloxano/oxialquilleno)	3,0
Isocianato como antes se ha descrito	60

Se prepara también una espuma IV empleando la anterior formulación pero utilizando, en lugar del isocianato anterior, 66 partes de la composición de isocianato cuya preparación se ha descrito en el ejemplo 1; igualmente, se coloca una parte de surfactante en lugar de tres partes.

15. Ambas espumas son de elevada resiliencia, alto factor SAG, de baja producción de humos tras la ignición y son auto-extinguibles cuando se coloca una cerilla encendida sobre la superficie de la espuma.

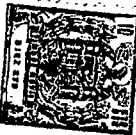
Otras propiedades físicas son las siguientes:

	(III)	(IV)	
20. % de grupos uretonimina en el isocianato modificado	4,1	6,0	
Densidad kg.m ⁻³	35	35	} Ensayo Standard Británico BS 4443
Resistencia a la tracción kN.m ⁻²	84	111	
Dureza a la compresión 4º ciclo, 65 % compresión kN.m ⁻²	10.1	14,0	

25. Las cifras para la resistencia a la tracción y a la dureza por compresión demuestran el efecto de incrementar el contenido en grupos uretonimina.

EJEMPLO 3

Se calientan a 175°C, durante 20 horas, con



agitación bajo nitrógeno, 250 partes de 2,4/2,6-tolilendiisocianato 80/20 y 5 partes de fosfato de trimetilo.

El contenido en isocianato, tras el enfriamiento, es de 39,4 %. El análisis infra-rojo de los productos, después de 44 días, demuestra la presencia de 4,4 % de grupos uretonimina y 0,4 % de grupos carbodiimida.

5.

Se prepararon, en la forma siguiente, espumas flexibles de poliuretano:

		<u>Partes</u>
10.	(i) Polioxialquileneter de peso molecular 5.300 (un glicerol oxipropilado terminado con óxido de etileno, teniendo 75 % de grupos hidroxilo primarios)	100
	Agua	3,0
	Trietilendiamina	0,3
15.	Trietilamina	0,5
	Trietanolamina	2,5
	Isocianato modificado preparado anteriormente	49,7 (índice 105)

(ii) Se prepara una segunda espuma (i) pero utilizando además 3 partes de un surfactante de silicona L 532.

20.

Las espumas tienen las siguientes propiedades:

	Dureza a la compresión	Resiliencia	Densidad
(i)	21,7 kN.m ⁻²	55 %	32 kg.m ⁻³
(ii)	19,5 kN.m ⁻²	53 %	31 kg.m ⁻³

25.

EJEMPLO 4

Se calientan a 175°C, con agitación bajo nitrógeno, durante 41 horas, 250 partes de 2,4/2,6-tolilendiisocianato 65/35 y 2,5 partes de fosfato de trietilo. Tras el enfriamiento, el contenido en isocianato es de 36,9 %. El análisis infra-rojo realizado 8 días después

30.

- 13 403735



de la reacción, demuestra la presencia de 3,2 % de grupos uretonimina y 1,2 % de grupos carbodimida.

Se prepara una espuma de acuerdo con la siguiente formulación:

	<u>Partes</u>
5. Polioxialquileneter como el empleado en los ejemplos 1 y 2 anteriores	100
Agua	3
Trietilendiamina	0,3
Trietilamina	0,5
10. Silicone I532	3,0
Isocianato modificado preparado anteriormente	47,1

La espuma tiene las siguientes propiedades,

15. Dureza a la compresión	21,7	kN.m^{-2}
Densidad	32	kg.m^{-3}
Resiliencia	52	%

La espuma es auto-extinguible cuando se coloca una cerilla encendida sobre la superficie.

20. Puesto que no es posible preparar una espuma flexible a partir de 2,4/2,6-tolilendiisocianato 65/35 sin modificar, empleando la anterior formulación, se prepara una espuma usando la siguiente formulación:

	<u>Partes</u>
25. Polioxialquileneter como el empleado anteriormente	100
Octoato estannoso	0,1
Dimetilfeniletilamina	0,5
Silocell 380, un surfactante de silicona/oxialquileno	1,0
30. Agente emulsionante de octilfenol oxietilado	1,0



403735

Partes

5.	Agua	3,5
	2,4/2,6-tolilendiisocianato 65/35 sin modificar	41,1
	Esta espuma tiene las siguientes propiedades,	
	Dureza a la compresión	25,6 kN.m ⁻²
	Densidad	36 kg.m ⁻³
	Resiliencia	38 %

Esta espuma se quema cuando se coloca una cerilla encendida sobre la superficie.

10.

EJEMPLO 5

15.

Se calientan a 175°C, agitando bajo nitrógeno, durante 10 horas, 100 partes de Hylene THR (una composición de tolilendiisocianato comercialmente disponible) que tiene un contenido en isocianato de 43 y una parte de fosfato de trietilo. El contenido en isocianato, tras el enfriamiento, es del 36,1 %. El análisis infra-rojo, realizado 50 días después de la preparación, demuestra la presencia de 5,6 % de grupos uretonimina.

20.

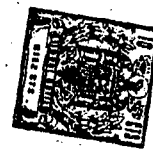
Se preparan espumas a partir de la composición de isocianato modificado, descrita anteriormente (i) y a partir del material inicial sin modificar Hylene THR (ii) con las siguientes formulaciones:

25.

	(i)	(ii)
	<u>Partes</u>	<u>Partes</u>
Polióxialquileneter como el empleado en los ejemplos 1, 2 y 3	100	100
Agua	3	3
Trietanolamina	2,5	2,5
Trietilendiamina	0,3	0,3

30.

- 403735



	(i) <u>Partes</u>	(ii) <u>Partes</u>
	0,5	0,5
	54,3	-
5.	-	45,6

Estas espumas tienen las siguientes propiedades físicas,

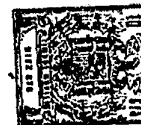
	(i)	(ii)
	31,4 kNm ⁻²	17,3 kNm ⁻²
10.	30 kg.m ⁻³	30 kg.m ⁻³
	48 %	48 %

Ambas espumas son auto-estinguibles cuando se someten al ensayo con la cerilla encendida. La ventaja de la modificación se demuestra por la dureza a la compresión incrementada de la espuma (i).

EJEMPLO 6

Se mezclan 500 partes de un producto de fosgenación bruto, tratado termicamente, (contenido en isocianato, 43) de 2,4/2,6-tolilendiaminas 80/20, tratadas termicamente durante 1 hora a 210°C después de la separación del disolvente de fosgenación, con 10 partes de fosfato de trietilo, y se calienta a 175°C, con agitación bajo nitrógeno, durante 13 horas. El contenido en isocianato tras el enfriamiento es del 32,7 %. El análisis infrarrojo realizado 23 días después de la preparación demuestra la presencia de 4,3 % de grupos uretonimina.

Se preparan espumas a partir de isocianato modificado descrito anteriormente (i) y a partir del material inicial bruto sin modificar (ii), con las siguientes formulaciones:



	<u>(i)</u> <u>Partes</u>	<u>(ii)</u> <u>Partes</u>
Polioxialquilenster como el usado en los ejemplos 1-4	100	100
5. Agua	3,0	3,0
Trietanolamina	2,5	2,5
Trietilamina	0,5	0,5
Trietilendiamina	0,3	0,3
Isocianato modificado	59,9	-
Isocianato sin modificar	-	45,6
10. Estas espumas tienen las siguientes propiedades físicas,		
	<u>(i)</u>	<u>(ii)</u>
Dureza a la compresión	25,5 kN.m ⁻²	11,2 kN.m ⁻²
Densidad	31 kg.m ⁻³	28 kg.m ⁻³
Resiliencia	51 %	42 %

15. Ambas espumas son auto-extinguibles cuando se coloca una cerilla encendida sobre la superficie. La ventaja de la modificación consiste en la dureza a la compresión incrementada.

EJEMPLO 7

20. Empleando el isocianato modificado descrito en el ejemplo 1, se preparan espumas a partir de la siguiente formulación:

	<u>Partes</u>
25. Polioxialquilenster, un copolímero de óxido de etileno y óxido de propileno de índice OH 48	100
Agua	3
Trietilendiamina	0,3
Trietilamina	0,5
Trietanolamina	2,5
30. Isocianato modificado	56,9

403735

- 17 -



Puesto que no es posible preparar una espuma utilizando el isocianato sin modificar (2,4/2,6-tolilendiisocianato 80/20) se utiliza la siguiente formulación:

		<u>Partes</u>
5.	Polioxialquileneter como anteriormente	100
	Octoato estannoso	0,3
	Dimetilfeniletilamina	0,75
	Agente emulsionante de octilfenol oxietilado	1,0
10.	Silcozell 380, un surfactante de silicona/oxialquileno	1,0
	Agua	3,5
	2,4/2,6-tolilendiisocianato 80/20	41,1

La comparación de las propiedades físicas de las dos espumas, demuestra que la espuma preparada empleando el isocianato modificado (i) es auto-extinguible cuando se coloca una cerilla encendida sobre la superficie, mientras que la espuma preparada a partir de isocianato sin modificar (ii) se quema. Otras propiedades físicas son las siguientes:

	(i)	(ii)
20.	Dureza a la compresión	28 kN.m ⁻² 31 kN.m ⁻²
	Densidad	30 kg.m ⁻³ 36 kg.m ⁻³
	Resiliencia	42 % 34 %

EJEMPLO 8

25. Se prepara una espuma a partir de:

	<u>Partes</u>
Glicerol oxipropilado, índice OH 56; peso molecular 3.000	100
Agua	3
Trietilendiamina	0,3



403735

Partes

Trietilamina

0,5

Isocianato modificado preparado como se describe en el ejemplo 1

52,5

5. De nuevo, no es posible preparar una espuma empleando la receta anterior con isocianato sin modificar, y se prepara una espuma en la forma siguiente:

Partes

	Glicerol oxipropilado, como anteriormente	100
10.	Agua	3,5
	Octoato estannoso	0,3
	Trietilendiamina	0,1
	Silcocell 380, un surfactante de siloxano/oxialquilenos	1,0
15.	Agente emulsionante de octilfenol oxietilado	1,0
	Isocianato sin modificar (2,4/2,6-tolilendiisocianato 80/20)	44,7

20. De nuevo, la espuma preparada a partir de isocianato modificado (iii) es auto-extinguible mientras que la preparada a partir de isocianato sin modificar (iv) se quema. Otras propiedades físicas son las siguientes:

	(iii)	(iv)
25.	Dureza a la compresión	40 kN.m ⁻² 44,4 kN.m ⁻²
	Densidad	34 kg.m ⁻³ 30 kg.m ⁻³
	Resiliencia	41 % 35 %

EJEMPLO 9

Partes

	Polioxialquileneter, un copolímero de óxido de etileno y óxido de propileno de índice OH 24 (peso molecular 7.010)	100
	Agua	3,0
30.	Trietilendiamina	0,3



403735

Partes

Trietanolamina	2,5
Trietilamina	0,5
Isocianato modificado (como en el ejemplo 1)	51,7

5.

De nuevo es necesario preparar una espuma a partir del isocianato sin modificar mediante una formulación diferente:

	<u>Partes</u>
10. Polioxialquileneter como anteriormente	100
Agua	3,5
Octoato estannoso	0,125
Dimetilfeniletilamina	0,5
15. Silcocell 380, un surfactante de siloxano/oxialquileno	1,0
Agente emulsionante de octilfenol oxietilado	1,0
Isocianato sin modificar (material de partida del ejemplo 1)	39,5

20.

La espuma preparada a partir de isocianato modificado (v) es auto-extinguible mientras que la preparada a partir de isocianato sin modificar (vi) se quema cuando se coloca una cerilla encendida sobre la superficie. Otras propiedades físicas son:

	(v)	(vi)
Dureza a la compresión	23,7 kN.m ⁻²	38,5 kN.m ⁻²
25. Densidad	25,7 kg.m ⁻³	33,1 kg.m ⁻³
Resiliencia	53 %	31 %

EJEMPLO 10

Con el fin de ilustrar el posible empleo de agentes reticulantes distintos a la trietanolamina (como



se ha empleado en ciertos ejemplos anteriores) se prepara una espuma empleando una etilendiamina oxipropilada comercialmente disponible bajo el nombre registrado Quadrol.

	<u>Partes</u>
5. Polioxialquileneter, peso molecular 5.300, como el empleado anteriormente	100
Agua	3,0
Trietilendiamina	0,3
10. Trietilamina	0,5
Quadrol	0,5
Isocianato modificado preparado como en el ejemplo 1.	47,8

Esta espuma es auto-extinguible cuando se coloca en una cerilla encendida sobre la superficie y tiene las siguientes propiedades, dureza a la compresión 29,9 kN.m⁻², densidad 34,3 kg.m⁻³, resiliencia 55 %.

En los ejemplos 3-10, la dureza a la compresión y la resiliencia, se miden en la forma que a continuación se indica.

20. Dureza a la compresión:

Se coloca una pieza de espuma triturada a mano, de 3 cm de espesor, por debajo de un pistón circular de un área de $4,92 \times 10^{-4} \text{ m}^2$ y se somete a una carga de 0,469 kg. La compresión se mide por medio de un micrómetro de aguja anexo al pistón. La dureza a la compresión se calcula a partir de esta medida.

25. Resiliencia:

Esta se mide como el porcentaje de rebote de una bola de acero de 15,8 mm de diámetro cuando cae sobre una pieza de espuma desde una altura de 100 cm.

30.

403735

NOTA

=====



- Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente
5. 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 Inglaterra con el nº 27442/71 de 11 de junio de 1971, acogiéndose por lo tanto a los
10. beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE COMPOSICIONES DE TOLILENDIISOCIANATOS; caracterizándose por lo siguiente:
15. 1.- Procedimiento para la preparación de composiciones de tolilendiisocianato, conteniendo de 3 a 10 % en peso de grupos uretonimina, caracterizado porque comprende convertir una parte del contenido en isocianato de un tolilendiisocianato a carbodiimida y dejar que
20. los grupos carbodiimida reaccionen con otra porción del contenido en isocianato, para formar grupos uretonimina.
25. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la conversión de parte del contenido en isocianato a grupo carbodiimida, se realiza calentando un tolilendiisocianato en presencia de un catalizador para la reacción formadora de la carbodiimida.
30. 3.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque el catalizador es un fosfato o un fosfonato orgánico, una fosforamida, una fosfonamida o



un triarilemidofosfato.

4.- Procedimiento según la reivindicación 2 ó 3, caracterizado porque la cantidad de catalizador empleado es de 0,1 a 10 % en peso del material de partida de tolilendiisocianato.

5.- Procedimiento para la preparación de composiciones de tolilendiisocianatos, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

10. Esta Memoria consta de 22 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 13 JUL. 1972

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED.

J. GOMEZ ACEBO Y MOBET
E. E. Elvado L. Costa Fernández