

416044

REF: 59 MKW/CP.VP.

23 OCT 1972



Nº 416.044

C08G

FC 18-11-75

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de una

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: MARLES-KUHMANN-WYANDOTTE.

RESIDENCIA: 25 boulevard de l'Amiral Bruix, 75116

PARIS, Francia.

ENUNCIADO: UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE
UNA COMPOSICION DE ESPUMA DE POLIURETANO
FLEXIBLE.

Prioridad: Patente estadounidense n.º 264.152 del 19.6.72

416044



ANTECEDENTES DE LA INVENCION

1. Campo de la invención

Esta invención se refiere a composiciones de espuma celular flexible y en especial a composiciones de espuma celular flexible a base de poliuretano y a métodos para la preparación de las mismas. Más especialmente, esta invención se refiere a la preparación de composiciones de espuma celular flexible, a base de poliuretano, utilizando cantidades catalíticamente suficientes de un catalizador de la trimerización de isocianatos.

2. Técnica anterior

La preparación de composiciones de espuma a base de poliuretano, flexibles y de gran resiliencia, generalmente implica la reacción de un poliéter-poliol o un poliéster-poliol, agua, un agente reticulante, un catalizador amínico, un agente tensoactivo y un poli-isocianato orgánico, seguido del curado del producto espumado. En la preparación de estas espumas, es esencial controlar estrechamente las relaciones estequiométricas, es decir, que como máximo solo se empleen cantidades ligeramente en exceso sobre los requisitos estequiométricos de poli-isocianato orgánico. En otras palabras, debe emplearse un índice de isocianato de 100 a 115 aproximadamente en la preparación de estas espumas flexibles de gran resiliencia.

Además, en la preparación de espumas flexibles de gran resiliencia son necesarios los isocianatos poliméricos y agentes adicionales para comunicar propiedades retardantes de la combustión al producto resultante. Así, en la preparación de estas espumas, es imprescindible controlar las cantidades de sustancias reaccionantes así como elegir se-

416044

- 3 -



1 lectivamente los ingredientes, reduciendo con ello las ven-
tajas resultantes de estas espumas. Esta invención se diri-
ge a resolver estos problemas.

COMPENDIO DE LA INVENCION

5 Esta invención proporciona en general composiciones
de espuma a base de poliuretano, flexibles y de gran resi-
liencia, que se preparan por reacción de un compuesto orgá-
nico que contiene como mínimo 2 átomos de hidrógeno activos
con un poli-isocianato orgánico, empleando un alto índice de
10 isocianato, en presencia de una cantidad catalíticamente
suficiente de un catalizador de la trimerización de isocia-
natos. Empleando estos catalizadores en la reacción de ure-
tanos, pueden utilizarse índices de isocianato de hasta 200
aproximadamente en la preparación de las espumas. En virtud
15 del alto índice de isocianato que puede ser empleado, se eli-
mina la necesidad de otros agentes para comunicar propieda-
des de retraso de la combustión al producto resultante.

Para mejor comprender esta invención, remitimos a
la siguiente descripción detallada y ejemplos de la misma.

DESCRIPCION DE LAS REALIZACIONES PREFERIDAS

20 Se ha encontrado inesperadamente que cuando se em-
plean ciertos catalizadores de la trimerización de isociana-
tos en la preparación de productos de espuma de poliuretano
flexibles, pueden utilizarse altos índices de isocianato.
25 Además, se ha encontrado que la incorporación y uso de estos
catalizadores eliminan la necesidad de isocianatos polimé-
ricos, retardantes de la combustión y similares para comuni-
car alta resiliencia y buenas características de combustión
a estas espumas flexibles. Además, se ha encontrado que, co-
30 mo resultado del uso de altos índices de isocianato, se eli-

416044

- 4 -



1 mina la necesidad de los agentes reticulantes amínicos con-
vencionales. Todas estas ventajas son directamente atribuí-
bles al uso de los catalizadores aquí definidos. Los catali-
zadores de la trimerización de isocianatos preferidos, em-
5 pleados en la práctica de esta invención, son las 1,3,5-tri-
(N,N-dialquilaminoalquil)-s-hexahidrotriazinas o sus aductos
con óxido de alquileo y agua.

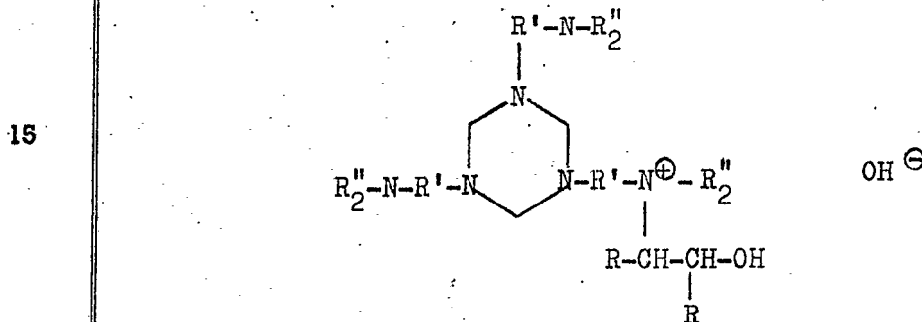
Las 1,3,5-tri-(N,N-dialquilaminoalquil)-s-hexahi-
drotriazinas se preparan generalmente por reacción de canti-
dades equimoleculares de una dialquilaminoalquilamina y una
10 solución acuosa al 37 % de formaldehído (formalina) a una
temperatura comprendida aproximadamente entre 0° y 20°C y
a la presión atmosférica. Más especialmente, la amina y el
formaldehído se mezclan con suave agitación a unos 0°C. Des-
15 pués, y continuando la agitación suave, la mezcla resultante
se deja calentar hasta la temperatura ambiente. Entonces se
recupera el compuesto de hexahidrotriazina salificando pri-
mero la hexahidrotriazina y separándola así de la mezcla de
reacción con una base fuerte como hidróxido potásico y des-
20 pués purificando por destilación. Estos compuestos de hexa-
hidrotriazina y sus métodos de preparación han sido descri-
tos con más detalle por Nicholas y colaboradores, Journal
of Cellular Plastics, 1(1), 85(1965) y Graymore, Journal of
the Chemical Society, 1493 (1931).

25 Entre las 1,3,5-tri(N,N-dialquilaminoalquil)-s-
hexahidrotriazinas representativas de las útiles en este in-
vento citaremos, por ejemplo, la 1,3,5-tri-(N,N-dimetil-2-
aminoetil)-s-hexahidrotriazina, 1,3,5-tri(N,N-dimetil-2-ami-
nopropil)-s-hexahidrotriazina y similares; 1,3,5-tri(N,N-
30 dietil-2-aminoetil)-s-hexahidrotriazina; 1,3,5-tri(N,N-die-



1 til-3-aminopropil)-s-hexahidrotiazina y similares; 1,3,5-
 tri-(N,N-dipropil-2-aminoetil)-s-hexahidrotiazina y simi-
 lares; etc. El compuesto preferido es la 1,3,5-tri-(N,N-
 5 dimetil-3-aminopropil)-s-hexahidrotiazina que también puede
 ser denominada 1,3,5-tri-(3-dimetilaminopropil)-s-hexahidro-
 triazina.

Otros catalizadores preferidos de la trimerización
 de isocianatos, como se ha indicado, son los aductos de óxi-
 do de alquileo y agua de las 1,3,5-tri-(N,N-dialquilamino-
 10 alquil)-s-hexahidrotiazinas antes descritas. Probablemente
 estos compuestos son hidróxidos de amonio cuaternario con
 la siguiente estructura postulada:



20 donde cada grupo R, individualmente, es hidrógeno o alquilo
 inferior, tal como metilo, etilo, propilo, isopropilo, bu-
 tilo, terc-butilo, isobutilo y pentilo; R'' es alquilo infe-
 rior como los enumerados para R, y R' es alquileo como eti-
 leno, propileno y butileno derivados de las hexahidrotia-
 25 zinas útiles, siendo de nuevo la hexahidrotiazina preferi-
 da la misma definida anteriormente.

En relación con la estructura postulada, es evi-
 dente que existen seis centros de nitrógeno terciario que
 pueden servir como punto de formación del hidróxido de amo-
 30 nio cuaternario y, por lo tanto, la estructura antes descri-

416044

- 6 -

23

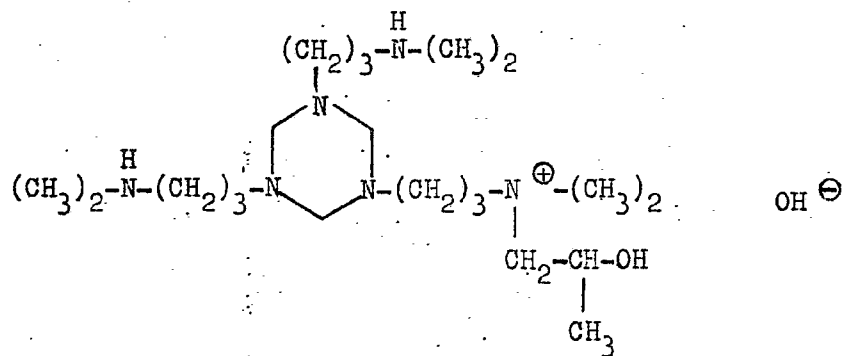


1 ta es solamente ilustrativa. Además se observa que el grupo hidroxilo puede ser primario o secundario.

Los óxidos de alquileo que pueden ser utilizados para preparar los aductos son, preferiblemente, óxidos de alquileo lineales como óxido de etileno, óxido de propileno, 5 los óxidos de butileno y los óxidos de pentileno. Aunque no se prefieren, pueden utilizarse aquí los óxidos alicíclicos, como óxido de ciclopentileno, óxido de ciclohexileno y similares. También pueden utilizarse aquí los óxidos de alquileo 10 no sustituidos, como óxido de estireno. Aunque el óxido de alquileo preferido es el óxido de propileno.

Quando se utilizan 1,3,5-tri-(3-dimetilaminopropil)-s-hexahidrotiazina, óxido de propileno y agua para preparar el aducto preferido, el producto resultante es probablemente:

15



20

25

30

Estos aductos de óxido de alquileo y agua se preparan generalmente haciendo reaccionar cantidades prácticamente equimoleculares de hexahidrotiazina, óxido de alquileo 25 no y agua, a una temperatura comprendida aproximadamente entre 10° y 80°C, durante un periodo de tiempo que oscila entre unos 5 minutos y 2 horas y a una presión comprendida entre la atmosférica y 50 psig (3,5 kg/cm² relativos) aproximadamente. Puede emplearse cualquier forma de reacción con-

416044

23



1 vencial, por ejemplo:

5 (1) reacción de la hexahidrotriazina y el óxido de alquileo, a presión atmosférica o elevada, durante un periodo de tiempo de unos 15 a 60 minutos, preferiblemente de 15 a 30 minutos y a una temperatura comprendida aproximadamente entre 10° y 35°C, preferiblemente entre 20° y 30°C y después añadiendo el agua y haciéndola reaccionar con el producto obtenido a una temperatura de unos 25 a 80°C, preferiblemente de 40 a 60°C, durante un periodo de tiempo de unos 10 a 60 minutos, preferiblemente de unos 15 a 40 minutos;

10 (2) adición del agua a la hexahidrotriazina, seguido de la adición de óxido de alquileo; esta forma de reacción se lleva a cabo bajo las mismas condiciones definidas en el párrafo anterior o

15 (3) añadir simultánea pero independientemente el agua y el óxido de alquileo a la hexahidrotriazina, haciéndolos reaccionar con esta última a una temperatura de unos 10° a 80°C, preferiblemente de 20° a 60°C, durante un periodo de tiempo de unos 5 a 60 minutos y preferiblemente de 15 a 40 minutos.

20 Los productos resultantes son muy viscosos y pueden ser empleados como soluciones para facilitar su manipulación. Para una discusión más detallada de estos aductos, remitimos a la solicitud de patente estadounidense copendiente número de serie 207.567, presentada el 13 de Diciembre de 1971.

25 Otros catalizadores de la trimerización de isocianatos que pueden ser utilizados aquí son el 2,4,6-tri-(dimetilaminometil)fenol, o-, p- o una mezcla de o- y p-(dimetil-

30

416044

- 8 -



1 aminometil)fenol, naftenato cálcico y compuestos de organo-
estaño, como los descritos en la patente estadounidense
nº 3.396.167, cuya descripción se incorpora aquí a título de
referencia y en especial los alcóxidos de triorganoestaño y
5 los óxidos de bi(triorganoestaño). También son útiles los
catalizadores descritos por Saunders y Frisch, Polyuretha-
nes, Interscience Publishers, 1962, pág. 94.

10 En la preparación de un producto espumado en pre-
sencia de estos catalizadores, generalmente se emplean alre-
dedor de 0,05 a 10 partes en peso de catalizador por 100 par-
tes en peso del polioli. Preferiblemente se emplean alrede-
dor de 0,1 a 5 partes en peso de catalizador, por 100 par-
tes de polioli.

15 Los productos espumados a base de poliuretano que
se preparan de acuerdo con esta invención comprenden general-
mente el producto de reacción de un compuesto orgánico que
contiene por lo menos 2 átomos de hidrógeno activos, tales
como poliésteres, poliésteraminas, amidas o poliéteres ter-
minados en grupos hidroxil y un poli-isocianato orgánico.

20 En general, puede emplearse aquí cualquier compues-
to orgánico que contenga como mínimo 2 átomos de hidrógeno,
activo para la reacción con el poli-isocianato y la produc-
ción de una espuma de poliuretano flexible de gran resi-
liencia. Son ejemplos de tipos adecuados de compuestos or-
25 gánicos que contienen por lo menos dos grupos hidrógeno ac-
tivos el aceite de castor, los poliésteres hidroxilados, los
polialquilen-poliéter-polioli, los polímeros de poliureta-
no terminados en grupos hidroxil, los politioéteres polihí-
dricos, los aductos de óxido de alquilen de ácidos del fós-
30



416044

1 foro, poliacetales, polioles alifáticos así como mezclas de éstos.

5 Cualquier poliéster hidroxilado adecuado puede ser utilizado tal como se obtiene, por ejemplo, a partir de ácidos policarboxílicos y alcoholes polihídricos. Puede utilizarse cualquier ácido policarboxílico adecuado, como ácido oxálico, ácido malónico, ácido succínico, ácido glutárico, ácido adípico, ácido pimélico, ácido subérico, ácido azelai-
10 co, ácido sebácico, ácido brasílico, ácido tápsico, ácido maleico, ácido fumárico, ácido glutacónico, ácido α -hidromucónico, ácido β -hidromucónico, ácido α -butil- α -etilglutárico, ácido α,β -dietilsuccínico, ácido isoftálico, ácido tereftálico, ácido hemimelítico y ácido 1,4-ciclohexanodicarboxílico. Puede utilizarse cualquier alcohol polihídrico
15 adecuado, tanto alifático como aromático, como etilenglicol, 1,3-propilenglicol, 1,2-propilenglicol, 1,4-butilenglicol, 1,3-butilenglicol, 1,2-butilenglicol, 1,5-pentanodiol, 1,4-pentanodiol, 1,3-pentanodiol, 1,6-hexanodiol, 1,7-heptanodiol, glicerol, 1,1,1-trimetilolpropano, 1,1,1-trimetilol-
20 etano, hexano-1,2,6-triol, α -metilglucosido, pentaeritritol y sorbitol. También están incluidos dentro del término "alcohol polihídrico" los compuestos derivados del fenol, como 2,2-(4,4'-hidroxifenil)propano, comúnmente conocido por Bisfenol A.

25 Puede utilizarse cualquier polialquilen-poliéter-poliol adecuado, como el producto de polimerización de un óxido de alquileno o de una mezcla de óxidos de alquileno con un alcohol polihídrico. Puede utilizarse cualquier alcohol polihídrico adecuado, como los descritos anteriormente
30 te para uso en la preparación de los poliésteres hidroxila-

476044

93 331



1 dos. Puede emplearse cualquier óxido de alquileno adecuado,
como óxido de etileno, óxido de propileno, óxido de butile-
no, óxido de amileno y copolímeros hetéricos o de bloque de
5 estos óxidos. Los polialquilen-poliéter-polióles pueden ser
preparados a partir de otras materias primas, como tetrahi-
drofurano y copolímeros de óxido de alquileno y tetrahydro-
furano; epihalohidrinás, como epíclorhidrina; así como óxi-
dos de aralkileno, como óxido de estireno. Los polialqui-
10 len-poliéter-polióles pueden contener grupos hidroxilo pri-
marios o secundarios y, preferiblemente, son poliéteres pre-
parados a partir de óxidos de alquileno conteniendo de 2 a 6
átomos de carbono, como polietilen-éter-glicoles, polipropi-
len-éter-glicoles y polibutilen-éter-glicoles. Los polialqui-
15 len-poliéter-polióles pueden ser preparados por cualquier
procedimiento conocido, por ejemplo por el procedimiento des-
crito por Wurtz en 1859 en Encyclopedia of Chemical Techno-
logy, Vol. 7, págs. 257-262, publicada por Interscience Pu-
blishers, Inc. (1951) o en la patente estadounidense número
1.922.459.

20 Los poliéter-polióles típicos incluyen el polioxietilén-
glicol, polioxipropilenglicol, polioxibutilenglicol, polite-
trametilenglicol, copolímeros de bloque, v.g. combinaciones
de polioxipropilenglicoles y polioxietilenglicoles, poli-1,2-
25 oxibutilenglicoles y polioxietilenglicoles y poli-1,4-oxi-
butilenglicoles y polioxietilenglicoles y glicoles copolimé-
ricos estadísticos preparados a partir de mezclas o por adi-
ción consecutiva de dos o más óxidos de alquileno. También
pueden emplearse los aductos de los compuestos anteriores
con trimetilolpropano, glicerina y hexanotriol así como los
30 aductos de polioxipropileno de polióles superiores, como pen-

416044



1 taeritritol y sorbitol. Los poliéter-polioles generalmente
5 tienen un peso equivalente medio del orden de 150 a 5000 y
preferiblemente del orden de 200 a 2000. Los polioxipropi-
lenglicoles con pesos moleculares de 400 a 2500 aproxima-
10 damente, correspondientes a unos pesos equivalentes de 200 a
1250 aproximadamente y sus mezclas son especialmente útiles
como polioles reaccionantes. También pueden usarse mezclas
de polioles, tal como una mezcla de poliéter-polioles de
alto peso molecular con poliéter-polioles de peso molecular
más bajo o polioles monoméricos en la preparación del poli-
uretano.

15 Puede emplearse cualquier politioéter polihídrico
adecuado como, por ejemplo, el producto de condensación de
tiodiglicol o el producto de reacción de un alcohol dihi-
drico, como se describe anteriormente en la preparación de
los poliésteres hidroxilados, con cualquier otro tioéter-
glicol adecuado.

20 El poliéster hidroxilado también puede ser una po-
liéster-amida como la obtenida por inclusión de alguna ami-
na o aminoalcohol entre las sustancias reaccionantes para
la preparación de los poliésteres. Así, pueden obtenerse
poliéster-amidas por condensación de un aminoalcohol, como
etanolamina, con los ácidos policarboxílicos antes citados
o pueden prepararse utilizando los mismos componentes que
25 forman el poliéster hidroxilado, siendo solo una parte de
los componentes una diamina, como etilendiamina.

30 Los aductos de óxido de alquileo de los ácidos del
fósforo que pueden ser utilizados comprenden los aductos
neutros preparados a partir de los óxidos de alquileo

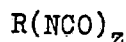
23 OCT



416044

1 antes descritos para uso en la preparación de polialquilen-
poliéter-poliolés.

5 Los poli-isocianatos orgánicos que se emplean venta-
zosamente en esta invención pueden ser representados por la
fórmula:



10 donde R es un radical orgánico polivalente seleccionado en-
tre el grupo de radicales orgánicos alifáticos, aromáticos,
arilalquílicos y alquilarílicos así como entre sus mezclas;
y z es un número entero correspondiente al número de valen-
cia de R y por lo menos vale 2. Son representativos de los
15 poli-isocianatos orgánicos considerados aquí, por ejemplo,
los di-isocianatos aromáticos, como 2,4-toluen-di-isociana-
to, 2,6-toluen-di-isocianato, mezclas de 2,4- y 2,6-toluen-
di-isocianatos, toluen-di-isocianato crudo, metilen-difenil-
di-isocianato, metilen-difenil-di-isocianato crudo y simi-
lares; los tri-isocianatos aromáticos como tri-(4-isociana-
tofenil)metano, 2,4,6-toluen-tri-isocianatos; los tetra-
20 isocianatos aromáticos, como 4,4'-dimetil-difenilmetano-2,2',
5,5'-tetra-isocianato y similares; poli-isocianatos de al-
quilarilo, como xililen-di-isocianato; poli-isocianatos ali-
fáticos, como hexametilen-1,6-di-isocianato, éster metíli-
co de di-isocianato de lisina y similares y mezclas de los
25 mismos. Otros poli-isocianatos orgánicos son los polimetil-
len-poli-fenilisocianatos, metilen-difenilisocianato hidro-
genado, m-fenilen-di-isocianato, naftilen-1,5-di-isocianato,
1-metoxifenil-2,4-di-isocianato, difenilmetano-4,4'-di-iso-
cianato, 4,4'-bifenilen-di-isocianato, 3,3'-dimetoxi-4,4'-
30 bifenil-di-isocianato, 3,3'-dimetil-4,4'-bifenil-di-isociana-
to y 3,3'-dimetildifenilmetano-4,4'-di-isocianato.



416044

1 Estos poli-isocianatos se preparan por métodos convencionales conocidos en la técnica, como fosgenación de la correspondiente amina orgánica.

5 Todavía otra clase de poli-isocianatos orgánicos considerados en esta invención son los llamados "cuasi-prepolímeros". Estos cuasi-prepolímeros se preparan por reacción de un exceso de poli-isocianato orgánico o de mezclas de los mismos con una pequeña cantidad de un compuesto conteniendo hidrógeno activo, determinado por el conocido ensayo de
10 Zerewitinoff, descrito por Kohler en J. Am. Chem. Soc., 49, 3181 (1927). Estos compuestos y su método de preparación son conocidos en la técnica. Aquí no es crítico el uso de cualquier compuesto con hidrógeno activo específico sino que puede utilizarse cualquiera de estos compuestos para
15 preparar un cuasi-prepolímero. En general, los cuasi-prepolímeros se preparan por reacción de un poli-isocianato orgánico con una cantidad inferior a la estequiométrica, calculada sobre el peso del poli-isocianato, del compuesto que contiene hidrógeno activo. Los grupos que contienen hidrógeno activo adecuados son los descritos anteriormente.

20 En la práctica de esta invención, se prefiere utilizar como isocianato el toluen-di-isocianato crudo, una mezcla 80:20 en peso de 2,4- y 2,6-toluen-di-isocianato, poli-metilen-polifenil-poli-isocianato, metilen-di(fenilisocianato) crudo o mezclas de éstos.

25 De acuerdo con esta invención, se emplea un poli-isocianato a un índice de isocianato comprendido aproximadamente entre 115 y 225 y preferiblemente entre 130 y 190. En el sentido utilizado aquí, el término "índice de isocianato" significa la cantidad real de isocianato utilizada di-
30



416044

1 vidida por la cantidad estequiométrica teóricamente requere-
rida de isocianato, multiplicado por 100. Véase Bender,
Handbook of Foamed Plastics, Lake Publishing Corp., Liber-
tyville, Illinois (1965). Otra notable ventaja de esta in-
5 vención es que, cuando se opera a estos altos índices, no
es necesario emplear ningún otro catalizador. En otras pa-
labras, no es necesario incorporar a la formulación de es-
puma ningún catalizador convencional como aminas terciarias
y similares, para obtener los productos aquí considerados.
10 Esto mismo se cumple para los agentes reticulantes diamíni-
cos convencionales. Sin embargo, esto no excluye su uso.
Así, estas espumas también pueden contener otros cataliza-
dores así como agentes reticulantes y similares.

15 Los catalizadores auxiliares adecuados son las ami-
nas terciarias, como dietilentriamina, cetimina, tetrameti-
lendiamina, trietilendiamina, tetrametilbutanodiamina, te-
trametilguanidina, trimetilpiperazina y catalizadores forma-
dos por sales organometálicas que son sales de metales poli-
valentes y un ácido orgánico conteniendo hasta unos 18 áto-
20 mos de carbono y exento de átomos de hidrógeno activos. La
porción orgánica de la sal puede ser lineal o cíclica y sa-
turada o insaturada. En general, el metal polivalente tiene
una valencia de 2 a 4 aproximadamente. Las sales organometá-
licas típicas son acetato estannoso, butirato estannoso,
25 2-etilhexoato estannoso, laurato estannoso, oleato estannoso,
estearato estannoso, ciclopentanocarboxilato de plomo, ci-
clohexanocarboxilato de cadmio, naftenato de plomo, octoato
de plomo, naftenato de cobalto, naftenato de cinc, dodecil-
succinato de bis(fenilmercurio), benzoato fenilmercúrico,
30 naftenato de cadmio, dilaurato de dibutilestaño y di-2-etil-



416044

1 hexoato de dibutilestaño. En general, cuando se utilizan es-
tos catalizadores se emplearán en una proporción comprendida
aproximadamente entre 0,01 partes a 7,5 partes en peso, cal-
culada sobre el peso del poliéter-poliol y, preferiblemente,
5 entre unas 0,05 partes y 4,0 partes en peso de los mismos
por 100 partes en peso de poliéter-poliol.

Los agentes reticulantes opcionales adecuados son,
por ejemplo, diaminas aromáticas con impedimento estérico
como 4,4'-metilen-bis(2-cloroanilina) y 3,3'-diclorobenci-
10 dina; aminas terciarias que contienen grupos hidroxilo y
son capaces de reticular como la trietanolamina, tri-isopro-
panolamina, N,N,N',N'-tetraquis-(2-hidroxi-propil)etilendia-
mina, así como otros productos de condensación de óxidos
de alquileno y etilendiamina o dietilentriamina y polioles
15 de bajo peso molecular como glicerol y trimetilolpropano.

Además de los ingredientes previamente definidos,
útiles en la preparación de la espuma, también pueden in-
cluirse otros ingredientes, como agentes tensoactivos, car-
gas, pigmentos y similares. Los agentes tensoactivos que
20 pueden ser utilizados son los agentes convencionales emplea-
dos en la preparación de uretanos, como polisiloxanos o los
aductos de óxido de alquileno de compuestos orgánicos que
contienen átomos de hidrógeno reactivos.

Generalmente el agente tensoactivo se emplea en una
25 proporción que oscila aproximadamente entre 0,01 partes y
5 partes en peso del mismo por 100 partes de poliol. Las
cargas convencionales para uso aquí son, por ejemplo, sili-
cato de aluminio, silicato cálcico, silicato magnésico, car-
bonato cálcico, sulfato bórico, sulfato cálcico, negro de
30 humo y sílice. La carga se encuentra presente nominalmente



1973

416044

1 en una proporción que oscila aproximadamente entre 5 partes y 50 partes en peso de la misma por 100 partes en peso de poliol y, preferiblemente, entre unas 15 partes y 45 partes en peso de la misma por 100 partes en peso de poliol.

5 El pigmento que puede ser utilizado aquí puede ser seleccionado entre cualquier pigmento convencional antes descrito en la técnica, como dióxido de titanio, óxido de cinc, óxidos de hierro, óxido de antimonio, verde cromo, amarillo cromo, sienas azules de hierro, naranjas de molibdato, pigmentos orgánicos como los para-rojos, amarillo de bencidina, rojo toluidina, matizadores y ftalocianinas.

10

También pueden emplearse aquí, en la forma habitual, agentes espumantes convencionales como agua, halohidrocarburos, hidrocarburos y similares.

15

En la preparación de las espumas flexibles de esta invención, puede utilizarse cualquier procedimiento general convencionalmente empleado para la preparación de una espuma de uretano. En términos generales, este procedimiento supone la mezcla de los ingredientes, con agitación hasta que comienza la reacción de espumado. Cuando cesa la formación de espuma, el producto resultante es curado a una temperatura comprendida entre unos 25° y 150°C, durante unos 5 minutos a 24 horas.

20

25

Para mejor comprender esta invención, remitimos a los siguientes ejemplos no limitativos. En los ejemplos, todas las partes se dan en peso salvo indicación en contrario. Las propiedades de las espumas descritas en los ejemplos fueron determinadas de acuerdo con los siguientes ensayos:

30

Combustión - ASTM-D-1692-68

Propiedades físicas - ASTM-D-1564-64T

416044

- 17 -



1 La determinación de la deflexión bajo carga con hue-
lla se lleva a cabo empleando una muestra de espuma de
3" x 3" x 1" (76,2 x 76,2 x 25,4 mm) y un pie marcador con
una superficie de 1 pulgada² (6,45 cm²).

5

EJEMPLOS I - XIII

Se preparó una serie de espumas de poliuretano de
gran resiliencia por el siguiente procedimiento:

10

Utilizando una vasija cilíndrica de 3-3/8" (8,6 cm)
de diámetro y 1 cuartillo (1,13 litros) de capacidad, pro-
vista de un mezclador Lightnin Modelo V-7 con una paleta
mezcladora con anillo de refuerzo de 1-1/4" (3,2 cm) de diá-
metro y conectada operativamente a un control de reostato
colocado a 140 voltios, se introducen en la vasija una can-
tidad adecuada de un compuesto conteniendo hidrógeno activo,
15 agua, agente reticulante, un catalizador convencional a ba-
se de amina terciaria, un agente tensoactivo y un cataliza-
dor de la trimerización de isocianatos. La mezcla se agita
durante unos 30 segundos, se deja en reposo durante unos
15 segundos y después se vuelve a agitar. Cuando han trans-
currido unos 60 segundos, se añade el poli-isocianato a la
20 vasija y la mezcla resultante se agita durante 4 a 5 segun-
dos. El contenido de la vasija se vierte después inmediata-
mente en una caja de pastas de cartón y la espuma se deja
subir allí. Cuando se ha completado la subida de la espuma,
25 la espuma resultante se cura en estufa durante unos 15 mi-
nutos. La siguiente Tabla I contiene los ingredientes y sus
cantidades en partes en peso utilizados para preparar las
espumas, así como algunas de las condiciones de reacción.

30

416044

416044

TABLA I

Ingrediente	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX	X	XI	XII	XIII
Poliol (a)	300	300	300	300	300	300	300	300	300	300	300	300	300
Agua	9,0	9,0	9,0	9,0	9,0	9,0	9,0	9,0	9,0	9,0	9,0	9,0	9,0
N-etilmorfolina	1,0	1,0	1,0	1,0	2,0	1,0	1,0	2,0	2,0	-	1,0	4,0	-
Catalizador	1,0(b)	1,0(c)	1,0(c)	1,0(c)	1,0(c)	1,0(c)	4,5(d)	5,0(d)	4,5(d)	4,0(e)	3,0(f)	(g)	6,0(h)
Agente tensactivo de silicea (j)	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,25	0,10	0,13	0,35	0,10	0,10	0,10	0,10
NIAX - A - 1 (k)	0,20	0,20	0,10	0,10	0,10	0,10	0,20	0,10	0,10	-	0,20	0,40	-
TDI (l)	134	134	164	189	134	206	135	166	207	135	135	135	135
Indice TDI	130	130	160	184	130	200	130	160	200	130	130	130	130

Propiedades de la espuma

Tiempo de subida, segundos	59	128	101	83	105	133	109	115	115	140	58	110	142
Altura de la espuma, mm	15(m)	137	147	157	140	181	145	156	162	135	149	88	147
Peso de la espuma	364	379	403	432	371	452	386	415	460	380	351	416	395

- (a) Polioxipropilen-poliol a base de glicerina terminado con grupos polioxietileno (índice OH 35)
- (b) Solución al 30 % de trietilendiamina en dipropilenglicol
- (c) 1,3,5-tri-(N,N-dimetil-3-aminopropil)-s-hexahidrotiazina
- (d) Solución al 33 % del aducto de óxido de propileno-agua de 1,3,5-tri-(N,N-dimetil-1,3-aminopropil)-s-hexahidrotiazina en dipropilenglicol
- (e) 2,4,6-tri-Dimetilaminometil)fenol
- (f) Óxido de bis(tri-n-butilestano)
- (g) 10 ml de naftenato cálcico en 11,8 ml de metanol
- (h) Aducto 1:1:1 en moles de trietilendiamina-agua y óxido de propileno
- (j) Un polisiloxano vendido por Dow Corning bajo el nombre de DC-200
- (k) Eter bi-(2-N,N-dimetilaminoetilico)
- (l) Una mezcla isomérica de 80 % de 2,4- y 20 % de 2,6-toluen-di-isocianato
- (m) La espuma se apiasta.



28 OCT 1956

416044

416044

TABLA I

	<u>Ingrediente</u>	<u>I</u>	<u>II</u>	<u>III</u>	<u>IV</u>	<u>V</u>	
1	Poliol (a)	300	300	300	300	300	3
	Agua	9,0	9,0	9,0	9,0	9,0	9
5	N-etilmorfolina	1,0	1,0	1,0	1,0	2,0	1
	Catalizador	1,0 ^(b)	1,0 ^(c)	1,0 ^(c)	1,0 ^(c)	1,0 ^(c)	1
	Agente tensoactivo de silicona (j)	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0
	NIAx - A - 1 (k)	0,20	0,20	0,10	0,10	0,10	0
	TDI (l)	134	134	164	189	134	2
10	Indice TDI	130	130	160	184	130	2
	<u>Propiedades de la espuma</u>						
	Tiempo de subida, segundos	59	128	101	83	105	1
	Altura de la espuma, mm	15 ^(m)	137	147	157	140	1
15	Peso de la espuma	364	379	403	432	371	4

- (a) Polioxipropilen-poliol a base de glicerina terminado con grupos
- (b) Solución al 30 % de trietilendiamina en dipropilenglicol
- (c) 1,3,5-tri-(N,N-dimetil-3-aminopropil)s-hexahidrotiazina
- (d) Solución al 33 % del aducto de óxido de propileno-agua de 1,3,5-triazina en dipropilenglicol
- (e) 2,4,6-tri-Dimetilaminometil)fenol
- (f) Óxido de bis(tri-n-butilestaño)
- (g) 10 ml de naftenato cálcico en 11,8 ml de metanol
- (h) Aducto 1:1:1 en moles de trietilendiamina-agua y óxido de propileno
- (j) Un polisiloxano vendido por Dow Corning bajo el nombre de DC-200
- (k) Eter bi-(2-N,N-dimetilaminoetilico)
- (l) Una mezcla isomérica de 80 % de 2,4- y 20 % de 2,6-toluen-di-isocianato
- (m) La espuma se aplasta.

25

30

416044

29 OCT 1978



TABLA I

	<u>II</u>	<u>III</u>	<u>IV</u>	<u>V</u>	<u>VI</u>	<u>VII</u>	<u>VIII</u>	<u>IX</u>	<u>X</u>	<u>XI</u>	<u>XII</u>	<u>XIII</u>
0	300	300	300	300	300	300	300	300	300	300	300	300
0	9,0	9,0	9,0	9,0	9,0	9,0	9,0	9,0	9,0	9,0	9,0	9,0
0	1,0	1,0	1,0	2,0	1,0	1,0	2,0	2,0	-	1,0	4,0	-
0 ^(b)	1,0 ^(c)	1,0 ^(c)	1,0 ^(c)	1,0 ^(c)	1,0 ^(c)	4,5 ^(d)	5,0 ^(d)	4,5 ^(d)	4,0 ^(e)	3,0 ^(f)	(g)	6,0 ^(h)
10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,25	0,10	0,13	0,35	0,10	0,10	0,10	0,10
20	0,20	0,10	0,10	0,10	0,10	0,20	0,10	0,10	-	0,20	0,40	-
4	134	164	189	134	206	135	166	207	135	135	135	135
0	130	160	184	130	200	130	160	200	130	130	130	130
9	128	101	83	105	133	109	115	115	140	58	110	142
5 ^(m)	137	147	157	140	181	145	156	162	135	149	88	147
4	379	403	432	371	452	386	415	460	380	351	416	395

licerina terminado con grupos polioxietileno (índice OH 35)
 na en dipropilenglicol
 il)-s-hexahidro triazina
 do de propileno-agua de 1,3,5-tri-(N,N-dimetil-3-aminopropil)-s-hexahidro-

ml de metanol
 diamina-agua y óxido de propileno
 rning bajo el nombre de DC-200
)
 4- y 20 % de 2,6-toluen-di-isocianato

416044



1

EJEMPLOS XIV - XVI

Para poner más en evidencia la utilidad de estos catalizadores bajo altos índices de isocianato, se repitió el procedimiento descrito en el Ejemplo 1 utilizando cantidades variables de ingredientes. La Tabla II indica los ingredientes y las cantidades en partes en peso que fueron empleados así como las propiedades físicas de las espumas preparadas. El polioliol empleado fue el mismo polioliol del Ejemplo 1.

5

10

TABLA II

<u>Ingrediente</u>	<u>Cantidad, partes</u>		
	<u>XIV</u>	<u>XV</u>	<u>XVI</u>
Polioliol	100	100	100
Agua	3,0	3,0	3,0
15 N-etilmorfolina	0,61	0,61	0,31
1,3,5-tri(3-dimetilamino-propil)-s-hexahidrotiazina	0,31	0,46	0,31
Agente tensoactivo a base de silicona	0,03	0,04	0,08
20 Eter bi-(2-N,N-dimetilamino-etílico)	0,06	0,03	0,03
Toluen-di-isocianato (mezcla 80:20 de isómeros 2,4 y 2,6)	44,7	54,7	68,7
Indice TDI	130	160	200
<u>Propiedades</u>			
Tiempo de subida, segundos	108	103	113
25 Densidad, libras/pie ³ (g/cm ³)	1,9 (0,030)	1,9 (0,030)	1,9 (0,030)
Resistencia a la tracción, psi (kg/cm ²)	6,9 (0,48)	11,7 (0,82)	12,6 (0,88)
Alargamiento, %	70	63	50
30 Resistencia al desgarramiento, psi (kg/cm ²)	0,5 (0,035)	0,6 (0,04)	1,1 (0,077)

416044

- 20 -



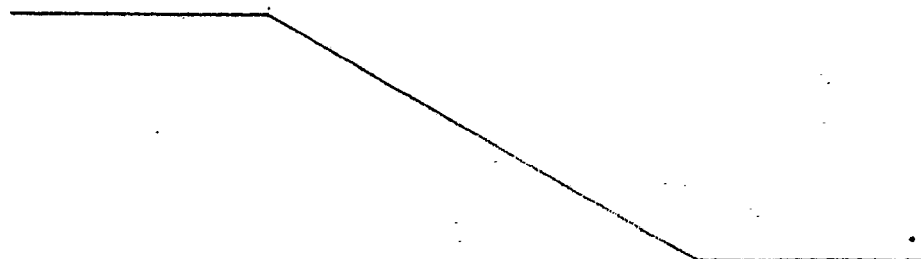
TABLA II (continuación)

	<u>XIV</u>	<u>XV</u>	<u>XVI</u>
<u>Propiedades</u>			
Deflexión bajo carga con hue lla, psi (kg/cm ²), 25 %	0,61 (0,042)	0,92 (0,065)	2,12 (0,149)
Deflexión bajo carga con hue lla, psi (kg/cm ²), 65 %	1,64 (0,115)	2,49 (0,175)	5,08 (0,357)
Compresión permanente, 50 % de deformación, pli (kg/cm)	13,6 (2,43)	16,2 (2,90)	14,3 (2,56)
Compresión permanente, 90 % de deformación, pli (kg/cm)	88,4 (15,80)	73,5 (13,14)	16,5 (2,95)
Factor de pandeo	2,7	2,7	2,4
Flujo de aire, cfm (m/m ³)	2,3 (81,2)	1,0 (35,3)	4,0 (141,2)
Ensayo de combustión, tipo	sx'	sx'	sx'
Tiempo de combustión, seg.	13,0	17,7	41,7
Pulgadas (mm) consumidas	0,8 (20,3)	1,2 (30,5)	3,6 (91,4)

sx' - auto-extinguible.

EJEMPLOS XVII - XXV

Siguiendo el procedimiento descrito en el Ejemplo I se preparó una serie de espumas de poliuretano empleando una mezcla de poliéter-polióles con diversos poli-isocianatos orgánicos a diferentes niveles de isocianato. Los detalles de las preparaciones están presentados en la siguiente Tabla III. Las cantidades dadas son partes en peso.





416044

1

TABLA III

Ingrediente	XVII	XVIII	XIX	XX	XXI	XXII	XXIII	XXIV	XXV
Poliol (a)	150	150	150	150	150	150	150	150	150
Poliol (b)	150	150	150	150	150	150	150	150	150
Agua	9,0	9,0	9,0	9,0	9,0	9,0	9,0	9,0	9,0
N-etilmorfolina	2,5	2,0	1,0	2,0	2,0	1,0	2,0	2,0	2,0
Catalizador (c)	2,0	2,0	1,5	1,5	2,0	1,5	1,5	2,0	1,5
Agente tensoactivo a base de sil-licona (d)	0,2	0,125	0,25	0,625	0,625	0,75	0,7	0,6	0,7
NIAX - AI (e)	0,2	0,1	0,1	0,2	0,1	0,1	0,2	0,1	0,2
TDI (f)	121,2	149,2	186	-	-	-	-	-	-
Polimetilen-polifenilisocianato	30,3	37,3	47	-	-	-	-	-	-
Mezcla 50/50 de metilen-di(fenil-isocianato) crudo y TDI	-	-	-	173	212	266	-	-	-
TDI crudo	-	-	-	-	-	-	161	198	248
Indice de isocianato %	130	160	200	130	160	200	130	160	200
<u>Propiedades de la espuma</u>									
Tiempo de subida, segundos	100	109	130	110	116	141	103	105	113
Altura de la espuma, mm	152	150	168	151	171	176	145	172	170
Peso de la espuma	394	442	493	424	461	520	398	447	491

- (a) Polioxipropilen-poliol a base de glicerina terminado con grupos polioxietileno (índice OH 35)
- (b) Un copolímero de bloque de polioxietileno-polioxipropileno líquido preparado por condensación de óxido de etileno con una base de polipropileno de peso molecular 1750, conteniendo el copolímero alrededor de 10 % en peso de etileno.
- (c) 1,3,5-tri-(N,N-Dimetil-3-aminopropil)-s-hexahidrotiazina
- (d) Polisiloxano vendido por Dow Corning bajo el nombre DC-200
- (e) Eter bi-(2-N,N-dimetilaminoetilico)
- (f) Una mezcla isomérica de 80 % de 2,4-toluen-di-isocianato y 20 % de 2,6-toluen-di-isocianato.

20

25

50

416044

TABLA III

	<u>Ingrediente</u>	<u>XVII</u>	<u>XVIII</u>	<u>XIX</u>	<u>X</u>
1	Poliol (a)	150	150	150	150
	Poliol (b)	150	150	150	150
5	Agua	9,0	9,0	9,0	9,0
	N-etilmorfolina	2,5	2,0	1,0	2,0
	Catalizador (c)	2,0	2,0	1,5	1,5
	Agente tensoactivo a base de sil- licona (d)	0,2	0,125	0,25	0,25
10	NIAX - AI (e)	0,2	0,1	0,1	0,1
	TDI (f)	121,2	149,2	186	-
	Polimetilen-polifenilisocianato	30,3	37,3	47	-
	Mezcla 50/50 de metilen-di(fenil- isocianato) crudo y TDI	-	-	-	17,0
	TDI crudo	-	-	-	-
15	Indice de isocianato	130	160	200	130
	<u>Propiedades de la espuma</u>				
	Tiempo de subida, segundos	100	109	130	110
	Altura de la espuma, mm	152	150	168	151
	Peso de la espuma	394	442	493	424

- 20 (a) Polioxipropilen-poliol a base de glicerina terminado con grupos
- (b) Un copolímero de bloque de polioxietilen-polioxipropileno líquido etileno con una base de óxido de polipropileno de peso molecular de 10 % en peso de óxido de etileno.
- 25 (c) 1,3,5-tri-(N,N-Dimetil-3-aminopropil)-s-hexahidrotiazina
- (d) Polisiloxano vendido por Dow Corning bajo el nombre DC-200
- (e) Eter bi-(2-N,N-dimetilaminoetílico)
- (f) Una mezcla isomérica de 80 % de 2,4-toluen-di-isocianato y 20 %

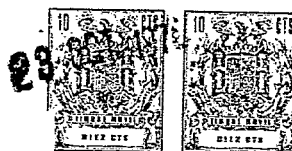


TABLA III

<u>XVII</u>	<u>XVIII</u>	<u>XIX</u>	<u>XX</u>	<u>XXI</u>	<u>XXII</u>	<u>XXIII</u>	<u>XXIV</u>	<u>XXV</u>
150	150	150	150	150	150	150	150	150
150	150	150	150	150	150	150	150	150
9,0	9,0	9,0	9,0	9,0	9,0	9,0	9,0	9,0
2,5	2,0	1,0	2,0	2,0	1,0	2,0	2,0	2,0
2,0	2,0	1,5	1,5	2,0	1,5	1,5	2,0	1,5
0,2	0,125	0,25	0,625	0,625	0,75	0,7	0,6	0,7
0,2	0,1	0,1	0,2	0,1	0,1	0,2	0,1	0,2
121,2	149,2	186	-	-	-	-	-	-
30,3	37,3	47	-	-	-	-	-	-
-	-	-	173	212	266	-	-	-
-	-	-	-	-	-	161	198	248
130	160	200	130	160	200	130	160	200
100	109	130	110	116	141	103	105	113
152	150	168	151	171	176	145	172	170
394	442	493	424	461	520	398	447	491

licerina terminado con grupos polioxietileno (índice OH 35)

etilen-polioxipropileno líquido preparado por condensación de óxido de
de polipropileno de peso molecular 1750, conteniendo el copolímero alre-
o de etileno.

il)-s-hexahidrotiazina

ag bajo el nombre DC-200

)

4-toluen-di-isocianato y 20 % de 2,6-toluen-di-isocianato.

416044



23 OCT

1

EJEMPLOS XXVI. - XXXVI

5

Siguiendo el procedimiento descrito en el Ejemplo I, se prepara una serie de espumas de poliuretano empleando diversos poli-isocianatos orgánicos a diferentes niveles de isocianato y, como componente poliólico, un polioxipropileno poliql a base de trimetilolpropano terminado con grupos polioxietileno (índice OH 25).

10

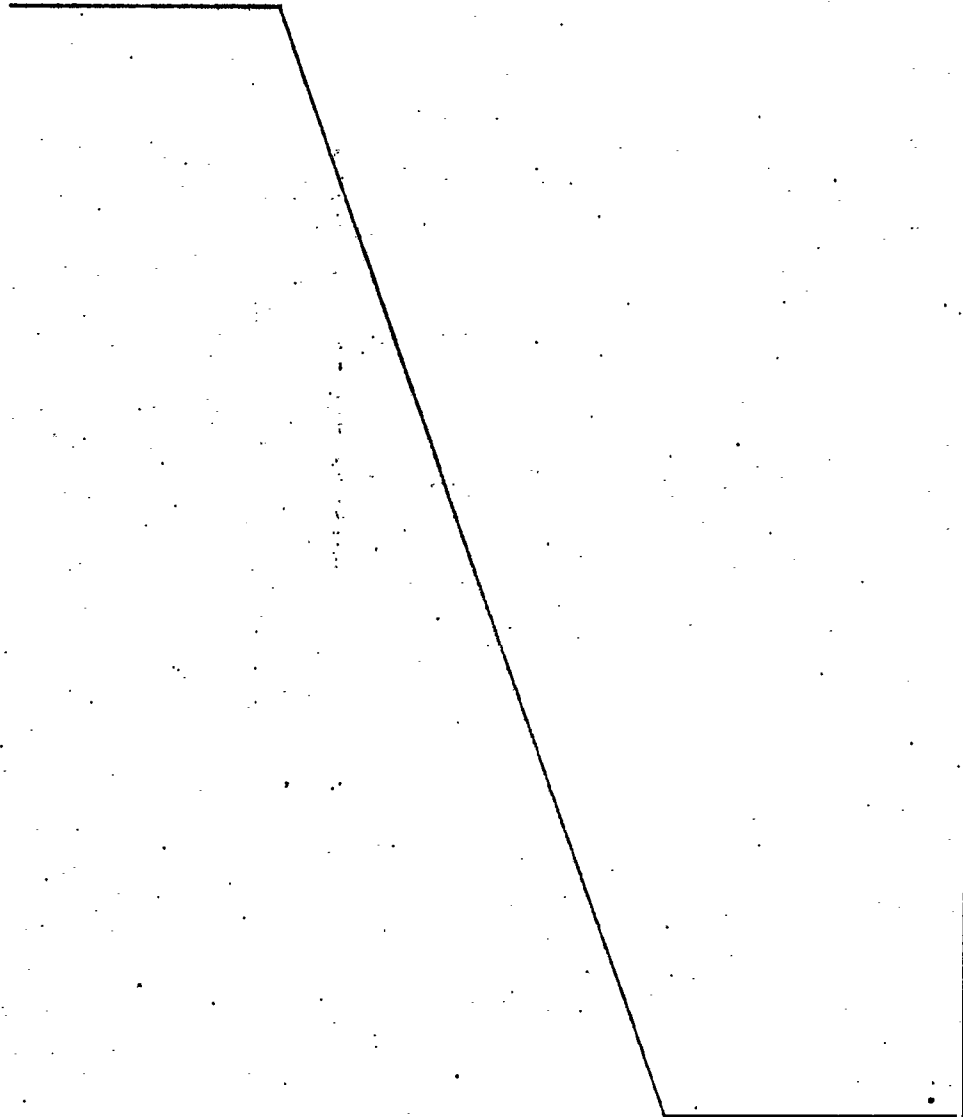
Los detalles de las preparaciones se encuentran en la Tabla IV. Las cantidades se dan en partes en peso.

15

20

25

30



416044

- 23 -

1

TABLA IV

Ingredientes	XXVI	XXVII	XXVIII	XXIX	XXX	XXXI	XXXII	XXXIII	XXXIV	XXXV	XXXVI
Poliol (a)	300	300	300	300	300	300	300	300	300	300	300
Agua	9,0	9,0	9,0	9,0	9,0	9,0	9,0	9,0	9,0	9,0	9,0
N-etilmorfolina	2,0	2,0	-	2,0	1,5	2,0	2,0	1,0	2,0	2,0	2,0
Catalizador (b)	1,5	1,0	1,0	1,5	1,25	1,5	2,0	2,5	1,5	2,0	2,5
Agente tensoactivo a base de silicona (c)	0,6	0,6	0,4	0,6	1,1	0,6	0,6	0,6	1,1	0,6	1,75
NIAX - AI (d)	0,2	0,1	-	0,2	0,15	0,2	0,1	0,1	0,2	0,1	0,2
TDI (e)	128,5	158,5	197,7	110,8	136,4	-	-	-	-	-	-
Polimetilen-polfeniliscianato	-	-	-	27,7	34,1	-	-	-	-	-	-
Mezcla 50/50 de metilendi-(feniliscianato) crudo y TDI	-	-	-	-	-	158	194,5	243	-	-	-
TDI crudo	-	-	-	-	-	-	-	-	147	181	226
Indice de isocianato	130	160	200	130	160	130	160	200	130	160	200
<u>Propiedades de la espuma</u>											
Tiempo de subida, segundos	100	104	116	106	120	120	116	116	114	106	94
Altura de la espuma, mm	149	25	20	147	138	153	174	176	152	168	176
Peso de la espuma	359	381	444	366	408	393	445	471	381	412	449

(a) Polioxipropilen-poliol a base de trimetilolpropano terminado con grupos polioxietileno (índice OH 25)

(b) 1,3,5-tri-(N,N-Dimetil-3-aminopropil)-s-hexahidrotiazina

(c) Un polisiloxano vendido por Dow Corning bajo el nombre DG-200

(d) Eter bi-(2-N,N-dimetilaminoetilico)

(e) Una mezcla isomérica de 80 % de 2,4-toluen-di-isocianato y 20 % de 2,6-toluen-di-isocianato.

15

20

25

30



416044

1

TABLA IV

	<u>Ingredientes</u>	<u>XXVI</u>	<u>XXVII</u>	<u>XXVIII</u>	<u>XXIX</u>	<u>XXX</u>
	Poliol (a)	300	300	300	300	300
	Agua	9,0	9,0	9,0	9,0	9,0
5	N-etilmorfolina	2,0	2,0	-	2,0	1,5
	Catalizador (b)	1,5	1,0	1,0	1,5	1,25
	Agente tensoactivo a base de silicona (c)	0,6	0,6	0,4	0,6	1,1
	NIAX - AI (d)	0,2	0,1	-	0,2	0,15
10	TDI (e)	128,5	158,5	197,7	110,8	136,4
	Polimetilen-polifenilisocianato	-	-	-	27,7	34,1
	Mezcla 50/50 de metilendi-(fenilisocianato) crudo y TDI	-	-	-	-	-
	TDI crudo	-	-	-	-	-
15	Indice de isocianato	130	160	200	130	160
	<u>Propiedades de la espuma</u>					
	Tiempo de subida, segundos	100	104	116	106	120
	Altura de la espuma, mm	149	25	20	147	138
	Peso de la espuma	359	381	444	366	408

20

(a) Polioxipropilen-poliol a base de trimetilolpropano terminado co

(b) 1,3,5-tri-(N,N-Dimetil-3-aminopropil)-s-hexahidrotiazina

(c) Un polisiloxano vendido por Dow Corning bajo el nombre DC-200

(d) Eter bi-(2-N,N-dimetilaminoetilico)

25

(e) Una mezcla isomérica de 80 % de 2,4-toluen-di-isocianato y 20 %

30



TABLA IV

<u>II</u>	<u>XXVIII</u>	<u>XXIX</u>	<u>XXX</u>	<u>XXXI</u>	<u>XXXII</u>	<u>XXXIII</u>	<u>XXXIV</u>	<u>XXXV</u>	<u>XXXVI</u>
0	300	300	300	300	300	300	300	300	300
0	9,0	9,0	9,0	9,0	9,0	9,0	9,0	9,0	9,0
0	-	2,0	1,5	2,0	2,0	1,0	2,0	2,0	2,0
0	1,0	1,5	1,25	1,5	2,0	2,5	1,5	2,0	2,5
6	0,4	0,6	1,1	0,6	0,6	0,6	1,1	0,6	1,75
1	-	0,2	0,15	0,2	0,1	0,1	0,2	0,1	0,2
8,5	197,7	110,8	136,4	-	-	-	-	-	-
	-	27,7	34,1	-	-	-	-	-	-
	-	-	-	158	194,5	243	-	-	-
	-	-	-	-	-	-	147	181	226
0	200	130	160	130	160	200	130	160	200
4	116	106	120	120	116	116	114	106	94
5	20	147	138	153	174	176	152	168	176
1	444	366	408	393	445	471	381	412	449

etilolpropano terminado con grupos polioxietileno (índice OH 25)

-s-hexahidrotriazina

ag bajo el nombre DC-200

oluen-di-isocianato y 20 % de 2,6-toluen-di-isocianato.

416044

- 24 -



1 Las composiciones espumadas de los Ejemplos XVII-XIX
 fueron ensayadas además para determinar sus propiedades de
 retraso de la combustión y de soporte de la carga. Los re-
 sultados de estos ensayos se encuentran en la siguiente Ta-
 5 bla V.

TABLA V

<u>Propiedades</u>	<u>XVII</u>	<u>XVIII</u>	<u>XIX</u>
Densidad, libras/pie ³ (g/cm ³)	2,0 (0,032)	1,9 (0,030)	2,1 (0,034)
10 Resistencia a la tracción, psi (kg/cm ²)	8,5 (0,597)	13,1 (0,921)	13,9 (0,977)
Alargamiento, %	53	50	37
Resistencia al desgarramien- to, psi (kg/cm ²)	0,8 (0,056)	1,0 (0,070)	1,0 (0,070)
Deflexión bajo carga con hue- lla, psi (kg/cm ²), 25 %	0,91 (0,064)	1,88 (0,132)	3,3 (0,232)
15 Deflexión bajo carga con hue- lla, psi (kg/cm ²), 65 %	2,27 (0,159)	4,50 (0,316)	8,0 (0,562)
Compresión permanente, 25 % de deformación, pli (kg/cm)	19,3 (3,45)	12,9 (2,31)	30,2 (5,40)
Compresión permanente, 90 % de deformación, pli (kg/cm)	83,5 (14,92)	12,5 (2,23)	32,6 (5,83)
20 Factor de pandeo	2,5	2,4	2,4
Caudal de aire, cfm (m/m ³)	1,4 (49,4)	2,2 (77,7)	2,4 (84,8)
Ensayo de combustión, tipo	sx'	sx'	sx'
Tiempo de combustión, seg.	9,3	13,7	31,0
25 Pulgadas (mm) consumidas	1,0 (25,4)	1,2 (30,5)	2,4 (61,0)

sx' - auto-extinguible.

EJEMPLO XXXVII

30 Siguiendo el procedimiento del Ejemplo I, se prepa-
 ra un producto de poliuretano celular a partir de los si-

416044



1

guientes:

<u>Ingredientes</u>	<u>Cantidad, partes</u>
Poliol (a)	300,0
Agua	9,0
5 1,3,5-tri-(3-dimetilaminopropil)-s-hexahidrotiazina	1,5
Agente tensoactivo a base de silicona	0,115
Isocianato (b)	158,3
Indice de Isocianato	130

10

Propiedades

Tiempo de subida	134 segundos
Altura de la espuma	141 mm
Peso de la espuma	400 partes

15

La espuma se cura en una estufa durante 6 minutos a 250°F (121°C) y el producto resultante tiene buen aspecto. Después se repite este ejemplo utilizando 2,0 partes del catalizador de triazina con el mismo resultado.

20

(a) Un copolímero de bloque de polioxietilen-polioxipropileno líquido, preparado por condensación de óxido de etileno con una base de óxido de polipropileno de peso molecular 1750, conteniendo el copolímero alrededor de 10 % en peso de óxido de etileno.

25

(b) Una mezcla al 80/20 en peso de toluen-di-isocianato y polimetilen-polifenil-poli-isocianato.

EJEMPLO XXXVIII

30

Este ejemplo ilustra la preparación de un poliuretano celular de acuerdo con esta invención, utilizando solamente un catalizador de la trimerización de isocianatos. Siguiendo el procedimiento del Ejemplo I y a la temperatura

416044



1 ambiente, se prepara un producto de espuma de poliuretano a partir de los siguientes ingredientes, empleando un índice de isocianato de 160.

<u>Ingredientes</u>	<u>Cantidad, partes</u>
5 Poliol (como en el Ejemplo I)	300
1,3,5-tri-(3-dimetilaminopropil)-s-hexahidrotiazina	1,5
Agente tensoactivo a base de silicona	0,125
Toluen-di-isocianato	165

10 Se observaron los siguientes efectos físicos:

Tiempo de subida	121 segundos
Altura de la espuma	141 mm
Peso de la espuma	416 partes

15 Este ejemplo se repitió después utilizando 207 partes de toluen-di-isocianato (índice 200) y 0,4 partes de un agente tensoactivo a base de silicona. Se obtuvo un tiempo de subida de 128 segundos, una altura de la espuma de 175 mm y un peso de la espuma de 459 partes.

20 De nuevo se repitió este ejemplo utilizando 207 partes de toluen-di-isocianato (índice 200), 0,30 partes de un agente tensoactivo a base de silicona y 9,0 partes de agua, mezclándolos con el poliol como agente espumante. Se obtuvo un tiempo de subida de 124 segundos, una altura de la espuma de 170 mm y un peso de la espuma de 456 partes.

25 EJEMPLO XXXIX

30 Siguiendo el procedimiento del Ejemplo 1, se prepara una espuma de poliuretano a partir de los siguientes ingredientes, empleando un índice de isocianato de 163.

416044



	<u>Ingredientes</u>	<u>Cantidad, partes</u>
1	Poliol (como en el Ejemplo I)	300
	Agente tensoactivo a base de sili- cona	0,2
5	Agua	9,0
	Solución al 33 % del aducto de óxi- do de propileno-agua de 1,3,5- tri(N,N-dimetil-3-aminopropil)- s-hexahidrotiazina en dipropi- lenglicol	6,5
10	Toluen-di-isocianato crudo	194

Se obtuvo un tiempo de subida de 154 segundos, una altura de la espuma de 155 mm y un peso de la espuma de 438 partes. Este ejemplo se repitió empleando 242 partes de toluen-di-isocianato crudo (índice de isocianato 203) y 7,5 partes de catalizador. Se observó un tiempo de subida de 149 segundos, una altura de la espuma de 165 mm y un peso de la espuma de 481.

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

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para la preparación de una composición de espuma de poliuretano flexible que consiste en hacer reaccionar, en presencia de un agente espumante, un compuesto orgánico que contenga como mínimo 2 átomos de hidrógeno activos con un poli-isocianato orgánico, con un índice de isocianato de 115 a 200, en presencia de una cantidad catalíticamente suficiente de un catalizador de trimerización de isocianatos.

2. Un procedimiento según la Reivindicación 1, donde el compuesto orgánico que contiene por lo menos dos áto-





416044

1 mos de hidrógeno activos es un poliéter-poliol.

3. Un procedimiento según la Reivindicación 1, donde el poli-isocianato orgánico es toluen-di-isocianato, toluen-di-isocianato crudo, polimetilen-polifenil-poli-isocianato, metilen-di-(fenilisocianato) crudo o mezclas de
5 los mismos.

4. Un procedimiento según la Reivindicación 8, donde el catalizador es 1,3,5-tri-(3-dimetilaminopropil)-s-hexahidrotiazina.

5. Un procedimiento según la Reivindicación 8, donde el agente espumante es agua.

6. Un procedimiento según la Reivindicación 8, preparado en presencia de un catalizador de uretano auxiliar.

7. Un procedimiento según la reivindicación 8 preparado en presencia de un agente tensoactivo a base de silicosa.
15

8. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita: UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UNA COMPOSICION DE ESPUMA DE POLIURETANO FLEXIBLE.

20 Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente memoria descriptiva que consta de veintiocho páginas mecanografiadas.

Madrid, 18 junio 1.973

BERNARDO UNGRIA

P.F.

25

30