

PATENTE DE INVENCION
=====

Ref: ICI CASE Du. 25377-SPAIN.

Memoria Descriptiva

sobre:

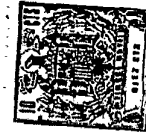
Procedimiento para la producción de poliuretanos sólidos.

Solicitante:

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

Este invento se refiere a nuevos poliésteres útiles para la fabricación de poliuretanos y, de un modo más especial, para la fabricación de rodillos impresores de poliuretano.

5. En los últimos años, muchos de los antiguos



5. materiales utilizados para la fabricación de rodillos impresores han sido sustituidos por poliuretanos que han demostrado tener una mayor resistencia ante los disolventes de las pintas de impresión y una mayor duración que los rodillos a base de composiciones gelificadas de goma y glicerina o caucho sintético.

10. El presente invento se refiere a perfeccionamientos adicionales en el empleo de poliuretanos para rodillos impresores y en los poliésteres empleados para sintetizar estos poliuretanos. Se ha descubierto que una clase de poliésteres alifáticos, según se definirá más adelante, se pueden utilizar para formar rodillos impresores de poliuretano con una mayor resistencia a la tracción y, por lo tanto, mejores cualidades de duración que los rodillos de características de dureza similares fabricados con anterioridad a este invento.

15. Por lo tanto, según una característica del invento, se proporcionan poliésteres que tienen una viscosidad del orden de 100 a 250 centistokes a 100°C, un valor hidroxilo del orden de 50 a 100 KOH/g y un índice de acidez inferior a 2,0 mg. KOH/g, que se han formado condensando ácido adípico con un exceso molecular de una mezcla de polioles consistentes en glicoles de etileno y propileno en una proporción molar de 65:35 a 75:25, junto con un poliol que tiene 3 o más grupos hidroxilos y un peso molecular inferior a 500, siendo
20. la cantidad de este último la necesaria para dar hasta 0,2 punto de ramificación por 1.000 unidades de peso molecular del poliéster.

25. El número de puntos de ramificación se puede calcular a partir de la fórmula:



1,2-propilenglicol	37,25 partes
trimetilolpropano	4 partes
ácido adípico	210 partes

5. La mezcla de reacción se calentó lentamente hasta alcanzar una temperatura de 230°C bajo una corriente lenta de nitrógeno y se destiló el agua de reacción a través de la columna, manteniéndose la cabeza de la columna a una temperatura de 100°C o inferior. Cuando la temperatura de la cabeza de la columna se redujo por debajo de 90°C, se aumentó el flujo de nitrógeno, y cuando la temperatura de la cabeza de la columna se redujo por debajo de 80°C la columna se puso en derivación, manteniéndose la temperatura de la mezcla a 230°C. Se continuó condensando hasta que se obtuvo una viscosidad de la mezcla de 209,5 centistokes a 100°C. El producto de poliéster (248 partes) tenía un valor hidroxilo de 63 mg. KOH/g y un índice de acidez de 0,7 mg. KOH/g.

15. Este poliéster (50 partes) se deshidrató agitando en un matrás a 110°C y una presión de 10 mm Hg por espacio de 15 minutos a 250 rpm. Después de enfriar la mezcla a 70°C se cortó el vacío y se añadieron 4,94 partes de toliendiisocianato 65/35, 2,4/2,6. La mezcla se agitó por espacio de 5 minutos a presión atmosférica y después se desgasificó a 10-20 mm Hg durante 5 minutos a una velocidad del agitador de 100 rpm. Después se cortó el vacío y la mezcla se vertió en un molde lubricado a una temperatura de 110°C. Las piezas moldeadas se curaron por espacio de 3 horas a 110°C para obtener un poliuretano cauchotoso que tenía las propiedades físicas siguientes.

20. Dureza (grados Shore A)	57
30. Resiliencia a 70°C (%)	75



	Resistencia al desgarramiento (kg/2,5 mm)	7,8
	Resistencia a la tracción (kg/cm ²)	300
	Alargamiento al punto de rotura (%)	550
	Coefficiente al 100 % de extensión (kg/cm ²)	16
5.	Coefficiente al 200 % de extensión (kg/cm ²)	26
	Coefficiente al 300 % de extensión (kg/cm ²)	34
	Coefficiente al 500 % de extensión (kg/cm ²)	146

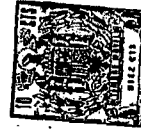
Ejemplo 2

		<u>Partes</u>
	etilenglicol	1.212
10.	1,2-propilenglicol	637
	trimetilolpropano	89,8
	ácido adípico	3.650

se condensaron en las condiciones descritas en el ejemplo 1 hasta que se obtuvo una viscosidad de la mezcla de 204 centistokes a 100^oC. El producto de poliéster (4.500 partes) tenía un valor hidroxilo de 65,7 mg KOH/g y un índice de acidez de 0,63 mg KOH/g.

Este poliéster (100 partes) se deshidrató empleando las condiciones descritas en el Ejemplo 1 y se añadió 2,4/2,6-tolilendiisocianato 65/35 (10,27 partes). La mezcla se degasificó y se vertió en un molde lubricado. La pieza moldeada se mantuvo a 110^oC por espacio de 3 horas para obtener un poliuretano cauchotoso que tenía las propiedades físicas siguientes:

		<u>Partes</u>
25.	Dureza (grados Share A)	53
	Resistencia al desgarramiento (kg/cm)	25,4
	Resistencia a la tracción (kg/cm ²)	209
	Alargamiento en el punto de rotura (%)	76,4
	Coefficiente a 100 % de extensión (kg/cm ²)	14,3
30.	Coefficiente a 200 % de extensión (kg/cm ²)	20,4



	<u>Partes</u>
Coefficiente a 500 % de extensión (kg/cm ²)	54,2
Deformación por compresión (%)	0,18

Ejemplo 3

	<u>Partes</u>
5. etilenglicol	1.235
1,2-propilenglicol	650
trimetilolpropano	107,2
ácido adípico	3.650

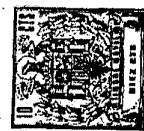
se condensaron en la forma descrita en el Ejemplo 1 hasta
10. que se obtuvo una viscosidad de la mezcla de 214 centistokes a 100°C. El poliéster (4.630 partes) tenía un valor hidroxilo de 72,7 mg KOH/g y un índice de acidez de 0,5 mg KOH/g.

Este poliéster (100 partes) y 2,4/2,6-tolilendiisocianato 65/35 (11,3 partes) se mezclaron empleando las condiciones descritas anteriormente y se mantuvo la mezcla durante 3
15. horas a 110°C para obtener un poliuretano cauchotoso que tenía las propiedades físicas siguientes:

	<u>Partes</u>
Dureza (grados Shore A)	55
20. Resistencia al desgarramiento (kg/cm)	26,8
Resistencia a la tracción (kg/cm ²)	223
Alargamiento al punto de rotura (%)	772
Coefficiente a 100 % de extensión (kg/cm ²)	12,9
Coefficiente a 200 % de extensión (kg/cm ²)	20,2
25. Coeficiente a 300 % de extensión (kg/cm ²)	27,4
Coefficiente a 500 % de extensión (kg/cm ²)	55,2
Deformación por compresión (%)	2,47

Ejemplo 4

30. Se condensaron etilenglicol, 1,2-propilenglicol, trimetilolpropano y ácido adípico juntos en la relación dada en el



Ejemplo 1 hasta que se obtuvo una viscosidad de la mezcla de 203 centistokes a 100°C. Este poliéster tenía un valor hidroxilo de 65,0 mg KOH/g y un índice de acidez de 1,1 mg KOH/g.

5. Este poliéster (100 partes) acetilacetato férrico (0,013 partes) y 1,4-butanodiol (5 partes) se deshidrataron empleando las condiciones descritas en el Ejemplo 1. La mezcla se enfrió a 60°C y se añadió 2,4/2,6-tolilendiisocianato 65/35. Después de agitar la mezcla por espacio de 5 minutos a presión atmosférica, la mezcla se desgasificó por espacio de 10 minutos a 10-20 mm Hg. Una pieza moldeada se curó por espacio de 3 horas a 110°C para obtener un poliuretano cauchoso que tenía las propiedades físicas siguientes.

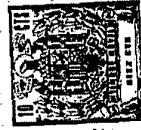
	<u>Partes</u>
15. Dureza (grados Shore A)	50
Resistencia al desgarramiento (kg/cm)	20,9
Resistencia a la tracción (kg/cm ²)	229
Alargamiento al punto de rotura (%)	769
Coeficiente a 100 % de extensión (kg/cm ²)	15,2
20. Coeficiente a 200 % de extensión (kg/cm ²)	22,0
Coeficiente a 300 % de extensión (kg/cm ²)	29,8
Coeficiente a 500 % de extensión (kg/cm ²)	56,2

- N O T A -

25. Descrita suficientemente la naturaleza del invento así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas, 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 fecha 17 de agosto de 1972, bajo el número

30.

**POOR
QUALITY**



38413/72, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre:

5. PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE POLIURETANOS SOLIDOS; caracterizándose por lo siguiente:

10. 1ª.- Procedimiento para la producción de poliuretanos sólidos, caracterizado porque en una primera etapa, se prepara un poliéster que tiene una viscosidad del orden de 100 a 250 centistokes a 100°C, un valor hidroxilo dentro de la gama de 50 a 100 KOH/g y un índice de acidez inferior a 2,0 mg KOH/g, por condensación de ácido adípico con un exceso molecular de una mezcla de polioles consistentes en glicoles de etileno y propileno, en una relación molar de 65:35 a 75:25 junto

15. con un poliol que tiene 3 o más grupos hidroxilos y un peso molecular inferior a 500, siendo la cantidad de este último la necesaria hasta dar 0,2 puntos de ramificación por 1000 unidades de peso molecular del poliéster; y en una segunda

20. etapa, se hace reaccionar el poliéster con toliendiisocianato a una relación de NCO:OH del orden de 0,88:1 a 1,20:1, bajo condiciones virtualmente anhidras.

2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el poliol es un triol, tetrol o hexol alifático.

25. 3ª.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque el poliol es glicerol, pentaeritritol o sorbitol.

4ª.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque el poliol es trimetilolpropano.

5ª.- Procedimiento para la producción de poliuretanos sólidos, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 9 hojas, escritas a máquina por una sola cara.

5.

Madrid

17 AGO. 1973

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED

L. GOMEZ ACEBO Y MOJET
por el Firmado L. Gasta Fernández

