

Cl. C: C08F

418.779

# MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de una

## PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: ENGLISH CLAYS LOVERING POCHIN & COMPANY LIMITED.

RESIDENCIA: John Keay House, St. Austell, Cornwall,  
Inglaterra.

ENUNCIADO: UN PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION  
DE UN POLIMERO.

Prioridad: Patente británica n.º 42786/72 del 14.9.72



1                   Esta invención se refiere a la producción de un po-  
límico, por ejemplo poliuretano, a partir de un prepolímico,  
por ejemplo un elastómero de uretano; y un agente de curado  
del mismo y especialmente se refiere a la preparación de los  
5                   dos reactivos en forma continua.

                  La invención es aplicable especial aunque no exclu-  
sivamente a la producción continua de poliuretano para reve-  
tir el interior de tuberías de acero, mediante una técnica  
centrífuga.

10                   De acuerdo con esta invención, se proporciona un  
procedimiento para la producción de un polímico, por ejemplo  
poliuretano, a partir de un prepolímico, por ejemplo un elas-  
tómero de uretano y un agente de curado del mismo, cuyo pro-  
cedimiento consiste en:

15                   (a) calentar el prepolímico a una temperatura den-  
tro del intervalo de reacción del agente de curado con el  
prepolímico en forma líquida para curar a este último;

                  (b) desgasificar el prepolímico;

20                   (c) transferir el prepolímico calentado y desgasi-  
ficado a un primer tanque de almacenamiento que se mantiene  
a una temperatura prácticamente constante dentro de dicho  
intervalo;

25                   (d) proporcionar el agente de curado en una forma  
líquida a una temperatura a la cual sea capaz de curar al  
prepolímico y por debajo de la cual el agente de curado se  
deteriora;

30                   (e) almacenar el agente de curado líquido en un  
segundo tanque de almacenamiento que se mantiene a una tem-  
peratura prácticamente constante por debajo de aquella a la  
cual el agente de curado se deteriora;



173 NO

1

(f) transferir el prepolímero calentado y el agente de curado líquido de forma continua en circuitos de reciclo desde el primero y el segundo tanques de almacenamiento respectivamente hasta conductos discretos situados en una cabeza mezcladora y de nuevo a los respectivos tanques de almacenamiento, siendo operable la cabeza mezcladora continua o intermitentemente, según sea necesario, para mezclar y después descargar la mezcla de prepolímero y agente de curado.

5

10

Ventajosamente, el prepolímero líquido se calienta y desgasifica simultáneamente en el aparato desgasificador. Naturalmente, si el prepolímero es un sólido o un líquido muy viscoso a las temperaturas ambientes normales, es preferible precalentarlo antes de su alimentación al aparato desgasificador para formar un líquido con una viscosidad que permita que el líquido sea agitado a fondo y precalentado en toda su masa. Preferiblemente, la cantidad de prepolímero líquido en el primer tanque de almacenamiento se mantiene dentro de unos niveles previamente determinados mediante un dispositivo automático asociado a la salida del aparato desgasificador.

15

20

Cuando el prepolímero es un elastómero de uretano, puede ser un poliéter terminado en isocianato y el agente de curado puede ser una diamina.

25

30

Si el agente de curado es un sólido o un líquido muy viscoso a las temperaturas normales, es necesario calentarlo a una temperatura a la cual sea líquido y a la que reaccione con el prepolímero para curar a este último, antes de introducir el agente de curado en el segundo tanque de almacenamiento. Un ejemplo de este agente de curado que es sólido a las temperaturas normales es la 4,4'-metilen-bi(2-cloro-



1 anilina (M.O.C.A.) y para calentarlo a la temperatura requere-  
rida a la cual se encuentra en forma líquida, es preferible  
utilizar un aparato de calefacción adecuado en el que el  
agente de curado líquido caliente que ha de ser transferido  
5 al segundo tanque de almacenamiento se mantenga separado del  
material sólido. Algunos agentes de curado son líquidos a  
las temperaturas normales y reaccionan con el prepolímero sa-  
tisfactoriamente a la temperatura ambiente (es decir, nor-  
mal) y, en este caso, no es necesario calentarlos. Un ejem-  
10 plo de estos agentes de curado es el CAYTUR-21, que es una  
dispersión al 50 % de un complejo de metilendianilina/clo-  
ruro sódico en ftalato de dioctilo y que, cuando se mezcla  
con el prepolímero, da una duración útil en el depósito de  
24 horas a la temperatura ambiente.

15 En la preparación de un polímero sólido a partir  
de un prepolímero tal como un elastómero de uretano y un agen-  
te de curado, habitualmente los reactivos se mezclan en las  
proporciones adecuadas, que dependen de las propiedades fina-  
les requeridas en el polímero curado, a una temperatura com-  
20 prendida dentro de un intervalo adecuado de curado. Una vez  
mezclados, los reactivos comienzan a reaccionar y se inicia  
el proceso de curado, aumentando la viscosidad de la mezcla  
a continuación con bastante rapidez durante un periodo ini-  
cial hasta que la mezcla se vuelve casi sólida; entonces con-  
25 tinúa el curado del polímero durante un periodo de tiempo más  
largo hasta que la reacción de curado es completa.

30 En términos generales, el proceso de curado es más  
rápido a temperaturas más altas y el periodo inicial dentro  
del cual la mezcla es todavía manejable - denominado "dura-  
ción útil en el depósito" - se hace más corto al aumentar la



1 temperatura. Esta es una consideración importante a tener en  
cuenta cuando se producen polímeros que han de ser moldeados  
o colados, por ejemplo, ya que la manipulación de la mezcla  
5 hasta su forma final debe realizarse dentro del periodo de  
duración útil en el depósito.

Otra consideración importante es la viscosidad tanto  
de los reactivos como de la mezcla durante el periodo de  
duración útil. A temperaturas más altas, disminuye la visco-  
sidad de los reactivos permitiendo que estos se mezclen con  
10 más rapidez e intimidad. Sin embargo, la mayoría de los  
reactivos de poliuretano, por ejemplo, una vez que se han ca-  
lentado son susceptibles de degradación, teniendo lugar la  
degradación más rápidamente a temperaturas más altas.

Además, la temperatura de los reactivos mezclados  
15 determina hasta cierto punto la viscosidad durante la dura-  
ción útil en depósito de la mezcla, siendo tanto menor la  
viscosidad cuanto más alta es la temperatura.

Por lo tanto, la selección de la temperatura de mez-  
clado depende de la duración útil requerida en el depósito,  
20 que debe ser suficiente para manipular el polímero y también  
de la viscosidad de la mezcla, que debe ser tal que permita  
que el polímero sea moldeado, colado o de otra forma transfor-  
mado dentro del tiempo disponible de duración útil en el de-  
pósito.

25 La temperatura de los reactivos antes de mezclarlos  
depende también de dos factores, a saber: la viscosidad de  
los reactivos para una mezcla adecuada y el riesgo de degra-  
dación de los mismos. Por una parte, los reactivos deben ser  
preparados para una mezcla satisfactoria a la temperatura se-  
30 leccionada y, por otra parte, los reactivos no pueden mante-



1 nerse a una temperatura demasiado elevada ya que pueden de-  
gradarse hasta un estado inaceptable antes de ser utilizados.

5 En una aplicación de la invención, se ha puesto a  
punto un procedimiento de producción de poliuretano a partir  
de un elastómero de uretano y un agente de curado, para la  
producción continua de poliuretano para el revestimiento de  
tuberías u otros artículos, que ha de ser realizado en for-  
ma continua, mezclándose el elastómero de uretano líquido y  
su agente de curado e inyectándolos durante el periodo de du-  
10 ración útil en una tubería previamente calentada. Cuando se  
ha inyectado una cantidad previamente determinada de mezcla,  
la tubería se hace girar alrededor de su eje longitudinal pa-  
ra que la mezcla todavía manejable sea distribuida uniforme-  
mente alrededor del interior de la pared de la tubería; la ro-  
15 tación de la tubería se prosigue a una temperatura dada hasta  
que el poliuretano solidifica formando un sólido cauchífero,  
después de lo cual se detiene la rotación y la tubería se man-  
tiene a la temperatura dada hasta que el curado es casi com-  
pleto.

20 La invención puede ser puesta en práctica de diver-  
sas maneras pero ahora describiremos una realización espe-  
cífica, solamente a título de ejemplo, haciendo referencia a  
los dibujos que acompañan a esta memoria, en los cuales:

25 La Figura 1 es un diagrama de flujos que muestra un  
método de preparación de las sustancias reaccionantes de po-  
liuretano,

La Figura 2 es un esquema que muestra una máquina  
desgasificadora y calentadora para elastómeros de uretano,

30 La Figura 3 es una sección que muestra los detalles  
de parte de la máquina desgasificadora de la Figura 2,



1           La Figura 4 es una sección de un tanque para almacenar elastómero de uretano caliente no curado,

La Figura 5 es una sección que muestra una unidad combinada de almacenamiento y calefacción de agente de curado,

5           Las Figuras 6 y 7 muestran una cabeza mezcladora para mezclar el elastómero de uretano caliente y su agente de curado,

La Figura 8 es un esquema que muestra una aplicación del poliuretano producido de acuerdo con esta invención y

10           La Figura 9 es un gráfico de viscosidad/tiempo de la mezcla de uretano y agente de curado de una realización específica.

15           En muchas aplicaciones, especialmente en la industria minera, es necesario bombear pastas muy abrasivas y otros líquidos que contienen sólidos minerales a través de tuberías a lo largo de distancias considerables y se ha encontrado que las tuberías de acero corrientes experimentan un gran desgaste debido a la abrasión causada por los sólidos minerales.

20           Para reducir el excesivo desgaste, se ha propuesto revestir las tuberías de acero con un poliuretano adecuado que en su estado curado presente una gran resistencia a la tracción y gran resiliencia y una resistencia muy alta a la abrasión. Durante los ensayos se ha encontrado que un poliuretano totalmente satisfactorio es el obtenido por reacción de  
25           un poliéter terminado en isocianato con un agente de curado diamínico. Esta invención se refiere fundamentalmente a la preparación de las sustancias reaccionantes de tal manera  
30           que permita realizar el revestimiento de las tuberías de acero casi continuamente.



1           En el procedimiento específico que describiremos  
aquí, el poliéter terminado en isocianato es Adiprene'  
(marca registrada) y el agente de curado es la 4,4'-metilen-  
bi-(2-cloroanilina) (M.O.C.A.). El Adiprene, preferiblemente  
5           el Adiprene L-100, se hace reaccionar con el agente de cura-  
do MOCA para formar poliuretano lineal de alto peso molecu-  
lar, siendo seleccionadas las temperaturas de mezcla y cura-  
do de forma que permitan realizar la técnica de revestimiento  
y formar un producto muy constante.

10           La técnica de revestimiento consiste en general en  
inyectar una cantidad predeterminada de la mezcla de reactivos  
en el extremo de una tubería previamente calentada, que está  
inclinada para permitir que el líquido mezclado descienda  
por la tubería a una velocidad dada, que depende de la visco-  
15           sidad de la mezcla. El ángulo de inclinación de la tubería  
y la velocidad de inyección se seleccionan de acuerdo con la  
cantidad total de poliuretano a inyectar y con su viscosidad  
de tal manera que, cuando la mezcla que se inyecta primera-  
mente alcanza el extremo inferior de la tubería, se ha ver-  
20           tido en la misma la cantidad correcta de mezcla y se distri-  
buye uniformemente a lo largo de toda la tubería. Esta últi-  
ma es después descendida inmediatamente a su posición horizon-  
tal y se inicia la rotación de la tubería para que la mezcla  
sea distribuida por la acción centrífuga uniformemente alrede  
25           dor de todo el interior de la tubería para formar un reves-  
timiento completo de un diámetro interno prácticamente cons-  
tante. La rotación se prosigue hasta que la mezcla se ha en-  
durecido y entonces se interrumpe; después la tubería se man-  
tiene a una temperatura dada para completar el curado del  
30           poliuretano.



1           La técnica de revestimiento proporciona un producto  
satisfactorio si las temperaturas de mezclado y curado se man-  
tienen dentro del intervalo de 88 a 115°C y, por esta razón,  
en una instalación específica, la inyección, rotación y pos-  
5           terior curado se llevan a cabo también a 110±5°C y las tube-  
rías se precalientan a 110±5°C durante una hora aproxima-  
damente antes de la inyección.

          Por lo tanto, la preparación de las sustancias reac-  
cionantes Adiprene y MOCA se realiza, de acuerdo con esta in-  
10           vención, de manera que las sustancias reaccionantes sean con-  
tinuamente asequibles a las temperaturas y viscosidades ade-  
cuadas para mezclarlas y verterlas pero al mismo tiempo que  
estén de acuerdo con los intervalos óptimos de temperatura  
15           para manipular el Adiprene y la MOCA, teniendo en cuenta que  
la degradación se produce en periodos cada vez más cortos a  
medida que aumenta la temperatura de almacenamiento de las  
sustancias reaccionantes antes de mezclarlas.

          El intervalo recomendado de manipulación del Adipre-  
ne L-100 es de 70 a 100°C; ya que dentro de este intervalo de  
20           temperatura el polímero presenta buena estabilidad, baja vis-  
cosidad y puede ser desgasificado fácilmente. En el extremo  
superior de este intervalo, el Adiprene se degradará hasta  
un estado inaceptable si se mantiene a esta temperatura duran-  
te más de unas 8 horas, mientras que en el extremo inferior  
25           del intervalo, el Adiprene puede mantenerse durante hasta  
140 horas antes de que la degradación sea excesiva.

          Para la MOCA, la temperatura de manipulación recomen-  
30           da es de unos 120°C pero no debe ser calentada por encima  
de 140°C ya que de otro modo se degradaría.

          La Figura 1 muestra esquemáticamente un diagrama de



1 flujos que indica la preparación de las dos sustancias reac-  
cionantes. El sistema comprende en general tres conductos de  
abastecimiento discretos, un abastecimiento de Adiprene L-100  
indicado generalmente en 1, un conducto de abastecimiento de  
5 MOCA indicado en 2 y un conducto de abastecimiento del disol-  
vente cloruro de metileno indicado en 3, siendo introducidos  
los tres conductos de abastecimiento en una cabeza mezclado-  
ra y de descarga 4, cuya función es mezclar el Adiprene y la  
MOCA, cuando es necesario, y descargar la mezcla en las tu-  
10 berías para realizar el revestimiento de las mismas.

Refiriéndonos en primer lugar al conducto de abaste-  
cimiento 1 de Adiprene, se emplea fundamentalmente una nave  
de precalentamiento y mezclado 8, una máquina desgasificado-  
ra y calentadora 11 y un tanque de almacenamiento 30 que es-  
15 tá conectado a la cabeza mezcladora 4.

La materia prima Adiprene se obtiene en tambores 7  
de 26-45 galones (98-170 litros) que se almacenan a la tempe-  
ratura exterior hasta que son utilizados. La primera fase en  
la preparación de Adiprene se realiza en la nave de precalen-  
20 tamiento y agitación 8, donde un cierto número de tambores,  
por ejemplo 6, son almacenados en un transportador de rodi-  
llos adecuado durante hasta día y medio, manteniéndose la na-  
ve a 40°C de manera que el Adiprene se funde lentamente (el  
punto de fusión del Adiprene es 18°C) y se calienta a esa tem-  
25 peratura, a la cual el Adiprene tiene una viscosidad suficien-  
temente baja para permitir su agitación. Los tambores preca-  
lentados se trasladan después, por orden, a las dos estacio-  
nes de agitación 9 dentro de la nave 8. Aquí los tambores 7  
se hacen rodar continuamente para agitar y mezclar el Adiprene  
30 por completo.



1            Después de rodar los tambores 7 durante varias ho-  
ras, se montan en unas plataformas dentro de la nave 8 y se  
conectan a una tubería de abastecimiento 10 para alimentar  
el Adiprene a la máquina desgasificadora y calentadora 11.  
5            Se conectan dos tambores 7 a la tubería 10 con una válvula  
conmutadora adecuada de manera que cuando un tambor está  
vacío el abastecimiento puede ser inmediatamente conmutado  
al tambor adyacente mientras el tambor vacío es sustituido  
por otro procedente de la estación agitadora 9. Esta conmu-  
tación de la válvula puede ser automática para garantizar  
10           un abastecimiento continuo de Adiprene a la máquina desgasifi-  
ficadora 11.

15           Cada tambor dispone de un tubo desecador, que es co-  
nectado al tambor antes de sacar el Adiprene, conteniendo el  
tubo, por ejemplo, sulfato cálcico anhidro para eliminar la  
humedad del aire que sustituye al Adiprene a medida que este  
es sacado para su uso. De otra forma, podría entrar humedad  
en el Adiprene y afectar adversamente al producto final.

20           La máquina desgasificadora y calentadora 11 es una  
máquina corriente cuya construcción está indicada esquemáti-  
camente en las Figuras 2 y 3. Comprende esencialmente un tu-  
bo de vidrio externo 15 que se extiende entre un elemento de  
cierre superior 16 y una base 17, con un tubo interno 18 dis-  
puesto coaxialmente que se extiende hacia arriba desde la ba-  
25           se. El tubo interno 18 es más corto que el tubo externo 15,  
con el extremo superior abierto y está rodeado en la mayor  
parte de su longitud por los serpentines de calefacción 19.

30           Una bomba de vacío (no mostrada) aplica un vacío de 2-5 mm  
de mercurio al interior del tubo externo 15 a través de una  
salida de extracción de gases 20. Sobre el elemento de cierre



1 superior 16 está montado un motor neumático 21 que, a través  
de un eje 22 que se extiende a través del tubo interno 18,  
impulsa a una bomba Moyno 23 del tipo de hélice, situada so-  
bre la base 17. La base también está provista de una entrada  
5 24 de Adiprene que está conectada mediante la tubería 10 al  
tambor de abastecimiento 7 en la nave de precalefacción 8,  
para suministrar Adiprene al espacio anular 27 situado entre  
los tubos interno y externo 18 y 15 y de una salida 25 a tra-  
vés de la cual el Adiprene puede ser dispensado por la bomba  
10 23 al tanque de almacenamiento 30. La salida 25 está controla-  
da por una válvula 26 accionada a solenoide que puede funcionar  
cerrando la salida 25 y recirculando el Adiprene dentro de la  
máquina.

15 En funcionamiento, el Adiprene es arrastrado al espa-  
cio anular 27 debido a la presión reducida dentro del tubo ex-  
terno 15 y a medida que el Adiprene asciende por el espacio  
anular 27 es calentado a 95°C por los serpentines de calefac-  
ción 19. La combinación de calor y vacío dentro de la máqui-  
na hace que el Adiprene forme espuma a medida que el gas arras-  
20 trado es expulsado y absorbido a través de la salida 20 de ex-  
tracción de gases. El Adiprene desgasificado y caliente rebo-  
sa entonces por la parte superior del tubo interno 18 y se re-  
coge en el fondo de ese tubo. Desde allí, el Adiprene es bom-  
beado por la bomba de hélice 23 ya sea al tanque de almacena-  
25 miento 30 a través de la salida 25 y un conducto aislado o de  
nuevo para que recircule a través del espacio anular 27, según  
sea la posición de la válvula 26 que es controlada automática-  
mente por unos detectores de nivel situados en el tanque de  
almacenamiento 30, como se explicará más adelante. El tanque  
30 de almacenamiento 30 que recibe Adiprene caliente procedente



1 de la máquina desgasificadora 11 está mostrado con más deta-  
lle en la Figura 4. Comprende un tanque cilíndrico con una  
capacidad de 110 litros, estando rodeado el tanque por una  
camisa aislada 36 que contiene 50 galones (189 litros) de  
5 aceite caliente para mantener la temperatura del Adiprene  
prácticamente constante a  $90 \pm 2^{\circ}\text{C}$ . La entrada 31 procedente  
de la máquina desgasificadora 11 comprende una tubería que  
se extiende por debajo del nivel de Adiprene en el tanque  
hasta casi el fondo del mismo, con objeto de evitar que sea  
10 arrastrado aire por el Adiprene, produciendo el líquido en-  
trante una agitación continua en el Adiprene contenido en el  
tanque para evitar la aparición de puntos calientes.

El tanque 30 está provisto de detectores de nivel  
superior e inferior 32 y 33 (véase la Figura 1) que están  
15 conectados a la válvula automática 26 de la máquina desgasi-  
ficadora 11. Cuando el nivel de Adiprene en el tanque descien-  
de por debajo del detector 33 de nivel inferior (40 litros),  
acciona la válvula 26 de manera que admite más Adiprene pro-  
cedente de la máquina desgasificadora 11 hasta que el nivel  
20 alcanza al detector 32 de nivel superior (90 litros), que  
entonces acciona la válvula 26 de manera que interrumpe el  
abastecimiento de Adiprene al tanque. También se dispone de  
un detector 34 extra de nivel inferior, correspondiente a  
18 litros, conectado a un dispositivo de alarma que sirve  
25 como advertencia de que el nivel es demasiado bajo.

Desde el fondo del tanque de almacenamiento 30, en  
el que se encuentra una salida provista de un filtro 35, el  
Adiprene, a una presión de 28 psi ( $2 \text{ kg/cm}^2$ ) es bombeado a  
la cabeza mezcladora y de nuevo al tanque a través del cir-  
30 cuito cerrado formado por los conductos receptores 37 y 38,



1 estando conectado el conducto de retorno 38 al fondo del tan-  
que de almacenamiento de forma que el líquido reciclado tam-  
bién sirve para mantener una buena agitación del Adiprene  
en el tanque.

5 Los conductos 37 y 38 de abastecimiento y retorno  
son mangueras flexibles rodeadas cada una de ellas por una  
manguera coaxial de diámetro ligeramente mayor, formando así  
un tubo anular que circunda a cada conducto 37 y 38 por el  
10 cual circula aceite caliente procedente de la camisa de acei-  
te 36 del tanque de almacenamiento 30 hasta la cabeza mez-  
cladora 4 y de nuevo a la camisa de aceite 36, produciéndose  
el flujo de aceite en dirección contraria al del Adiprene.  
El objeto de esta circulación continua de Adiprene desde y  
15 hasta la cabeza mezcladora 4 y de la contracorriente de acei-  
te es garantizar la presencia continua de Adiprene en la cabe-  
za mezcladora siempre que sea necesario y garantizar que tan-  
to el Adiprene como sus conductos en la cabeza mezcladora 4  
se mantienen a la temperatura constante de  $90 \pm 2^{\circ}\text{C}$ .

20 Refiriéndonos ahora al conducto 2 de abastecimiento  
de MOCA, se utiliza un tanque 40 de fusión y almacenamiento  
continuo de MOCA, que está conectado a la cabeza mezcladora  
4 por los conductos 41 y 42, como se explicará más adelante.  
La materia prima MOCA se encuentra en forma de gránulos es-  
25 féricos o cilíndricos que son fundidos a medida que es nece-  
sario en un sistema de fusión especial y alimentados en for-  
ma líquida a un depósito de almacenamiento a temperatura con-  
trolada situado debajo de la sección de fusión.

30 Los detalles del depósito de fusión y almacenamien-  
to de MOCA están indicados en la Figura 5. El tanque 40 es  
una vasija cilíndrica de 110 litros de capacidad que está



1 rodeada de una camisa 45 de aceite aislada que forma un depó-  
sito de aceite 46 alrededor del tanque 40 que contiene 35 ga-  
lones (132,5 litros) de aceite mantenido a una temperatura  
de  $120 \pm 15^{\circ}\text{C}$ . Dentro de la parte superior del tanque 40 se  
5 encuentra una cesta cilíndrica de alambre 47 apoyada en su  
extremo inferior sobre una bandeja de calefacción 48 provis-  
ta de resistencias eléctricas de calefacción 49 controladas  
a  $140^{\circ}\text{C}$  mediante un controlador tiristor de encendido y apa-  
gado. Cerca de la parte superior de la bandeja de calefaca-  
10 ción se encuentra un detector de la temperatura (no mostr-  
do) para medir la temperatura de la MOCA fundida; si la tem-  
peratura asciende demasiado, el detector de temperatura accio-  
na el controlador tiristor para apagar las resistencias de  
calefacción 49. La cesta de alambre y la bandeja de calefaca-  
15 ción ocupan aproximadamente la mitad superior del tanque 40,  
constituyendo la mitad inferior un tanque de almacenamiento  
de la MOCA fundida y caliente.

En uso, los gránulos esféricos o cilíndricos 50 de  
MOCA se colocan en la cesta de alambre 47. Cuando las resis-  
20 tencias eléctricas 49 de la bandeja de calefacción 48 están  
encendidas, la MOCA situada en el fondo de la cesta de alam-  
bre se funde y la MOCA líquida se recoge en la bandeja y des-  
de allí rebosa y cae a la mitad inferior del tanque 40 donde  
la MOCA líquida es mantenida a  $120 \pm 5^{\circ}\text{C}$  por la camisa de acei-  
25 te circundante. El tanque 40 está provisto de un detector de  
nivel 50 que puede estar conectado a un indicador de manera  
que un operario sepa cuando la bandeja de calefacción debe  
ser encendida para calentar más gránulos de MOCA. Mediante  
30 otros detectores de nivel y otros dispositivos adecuados,  
el control de la bandeja de calefacción y la recarga de la

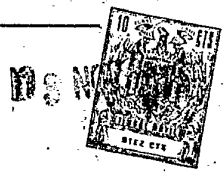


1 cesta de alambre 47 con gránulos de MOCA puede resultar total  
mente automático, con objeto de mantener el nivel de MOCA  
líquida entre unos niveles previamente determinados. También  
5 puede utilizarse un detector extra de nivel inferior en la  
parte más baja del tanque para emitir una señal de alarma  
si el nivel de la MOCA líquida desciende demasiado.

Desde el fondo del tanque 40, a través de un filtro  
51 y una salida 52, la MOCA líquida a unos 120°C aproxima-  
mente es bombeada a una presión de 28 psi (2 kg/cm<sup>2</sup>) a la ca-  
10 beza mezcladora 40 y de nuevo al tanque 40 a través del cir-  
cuito cerrado formado por los conductos de reciclado 41 y 42,  
estando conectado el conducto 42 de retorno al fondo del tan-  
que 40 de manera que el líquido reciclado sirve para mantener  
la agitación de la MOCA líquida en el tanque y evitar puntos  
15 calientes en dicha MOCA líquida.

Los conductos 41 y 42 de abastecimiento y retorno  
son mangueras flexibles y cada manguera está introducida den-  
tro de unos conductos de aceite (no mostrados) de forma exac-  
tamente similar a la descrita en el caso de las mangueras 37  
20 y 38 de abastecimiento de Adiprene.

La cabeza mezcladora 4 es una unidad ordinaria de  
mezcla de reactivos de poliuretano y su construcción está mos-  
trada con detalle en las Figuras 6 y 7. Refiriéndonos a la  
Figura 6, la cabeza mezcladora 4 comprende en general una ca-  
25 ja 60 con un árbol 61 centrado, montado mediante una conexión 66  
de accionamiento rápido sobre su extremo superior y dispuesto  
para ser propulsado por un motor de aceite 65. El extremo in-  
ferior del árbol lleva una herramienta mezcladora 62 situada en  
una boquilla 63 que está montada sobre la caja principal 60  
30 mediante una conexión 67 atornillada de accionamiento rápido.



1                    Seis orificios 68, algunos de los cuales se utili-  
zan para descargar los reactivos Adiprene y MOCA, están si-  
tuados sobre la base de la caja principal 60, estando dis-  
puestos los orificios con sus centros formando un círculo  
5                    alrededor del eje central del árbol 61. En esta construcción,  
se utilizan dos orificios para el Adiprene y uno para la MOCA.

                    Por encima de cada orificio 68 de descarga del Adi-  
prene y MOCA, se encuentra una conducción 70 que contiene una  
válvula de taquet 71 longitudinalmente móvil, estando conec-  
10                    tadas las válvulas de taquet 71 de cada orificio a un pistón  
común 72 que puede adquirir un movimiento de vaivén mediante  
aire comprimido de manera que las válvulas de taquet 71 pue-  
den ser levantadas o bajadas todas simultáneamente.

                    La conducción 70 situada sobre cada orificio conec-  
15                    ta con una lumbrera de entrada de reactivo 74 y una lumbrera  
de salida de reactivo 75 a las que están conectados los con-  
ductos 37 y 38 de reciclado de abastecimiento y retorno en  
el caso del circuito de Adiprene y los conductos 41 y 42 en  
el caso del circuito de MOCA.

                    En funcionamiento, cuando cada válvula de taquet 71  
se encuentra en su posición más baja, su extremo inferior cie-  
rra el orificio y las sustancias reaccionantes, Adiprene y  
MOCA, simplemente se reciclan a través de la cabeza. Para  
mezclar y descargar las sustancias reaccionantes, el árbol  
25                    agitador 61 es impulsado a 4500 rpm aproximadamente y, me-  
diante aire comprimido, las válvulas de taquet 71 son levanta-  
das para abrir los orificios 68 para el Adiprene y la MOCA y  
cerrar las lumbreras de salida 75 de manera que el Adiprene  
y la MOCA, en lugar de ser recicladas a sus tanques respecti-  
30                    vos, son bombeados a través de los orificios 68. La herramien



1 ta mezcladora giratoria 62 sobre el árbol 61 mezcla rápida e  
íntimamente las sustancias reaccionantes y estas últimas son  
después descargadas a través del extremo inferior de la boqui-  
5 lla 63. El árbol 61 es lubricado a través de una conexión 77  
de entrada del lubricante.

En esta construcción, los diámetros de los conduc-  
tos de abastecimiento de Adiprene y MOCA, la presión de bombeo  
de abastecimiento desde los tanques de almacenamiento y el ta-  
maño de los orificios 68 están dispuestos para dar una rela-  
10 ción de mezcla de Adiprene a MOCA de 8:1.

Como se ha explicado antes, los conductos 37, 38, 41  
y 42 de abastecimiento y retorno de Adiprene y MOCA están cir-  
cundados por tuberías de aceite por las que circula aceite  
caliente respectivamente desde las camisas de aceite de los  
15 tanques 30 y 46 hasta la cabeza mezcladora 4 y de nuevo a los  
tanques. Esto garantiza el mantenimiento de los conductos 37,  
38, 41 y 42 y de la cabeza mezcladora 4 a las temperaturas re-  
queridas de las sustancias reaccionantes. El aceite circula  
por el lado de la cabeza mezcladora 4, como indica la Figura 7,  
20 a través de las tuberías 80 y 81 sobre el lado del Adiprene y  
de las tuberías 82 y 83 sobre el lado del MOCA.

Después de mezclar y descargar las sustancias reaccio-  
nantes, es necesario lavar la cabeza mezcladora y la boquilla  
25 63 con disolvente para evitar que la mezcla que queda en la  
boquilla 63 y sobre la herramienta mezcladora 62 se solidifi-  
que y ensucie la operación de la mezcladora. Para este fin,  
uno de los orificios 68A está provisto de una lumbrera de en-  
trada 85 para la introducción de un disolvente limpiador, a  
30 saber, cloruro de metileno. Este es suministrado, como muestra  
la Figura 1, desde un tambor 86 que abastece un tanque de di-



1        solvente 87 desde el que el disolvente puede ser bombeado a  
la cabeza 4.

5        En las fases finales de la realización específica  
descrita, el poliuretano es alimentado desde la boquilla 63  
de la cabeza mezcladora 4 directamente en la tubería que ha  
de ser revestida. La técnica de revestimiento ha sido des-  
crita antes brevemente e ilustrada esquemáticamente en la Fi-  
gura 8 de los dibujos. Las tuberías 90 se limpian primero  
y después se precalientan en una estufa 91 a  $110 \pm 5^{\circ}\text{C}$ . Des-  
10        pués de precalentar, las tuberías se trasladan por orden a  
una estación de inyección y giro 93 donde primero son inclina-  
das hasta formar un pequeño ángulo y después se inyecta la  
mezcla de poliuretano a una velocidad de 10 kg/minuto. Des-  
pués de inyectar la cantidad necesaria de mezcla, se inte-  
15        rrumpe la inyección, se baja la tubería 90 hasta la posición  
horizontal y a continuación se hace girar a 800-900 rpm para  
distribuir el poliuretano alrededor de la tubería. Se conti-  
núa girando durante  $\frac{1}{2}$  hora aproximadamente para permitir que  
el poliuretano solidifique. Después de girar, las tuberías  
20        revestidas se mantienen en la estufa 91 durante 2,5-3 horas  
más para completar el curado del revestimiento de poliureta-  
no.

25        Esta técnica de recubrimiento no constituye la ca-  
racterística principal de esta invención y, por lo tanto, no  
se describe con más detalle.

30        La viscosidad de la mezcla de Adiprene y MOCA es un  
factor importante en la técnica de revestimiento. La duración  
útil en el depósito de la mezcla a unos  $100^{\circ}\text{C}$  es de 10 a 12  
minutos aproximadamente y, por lo tanto, es necesario asegu-  
rarse de que la inyección de la mezcla es completada dentro



1 de 5 minutos como máximo después de haber mezclado de manera  
que la rotación de la tubería para distribuir el revestimien-  
to pueda realizarse mientras el poliuretano es todavía manej-  
5 la mezcla de Adiprene/MOCA con el tiempo se encuentra en la  
Figura 9 de los dibujos.

En el sistema antes descrito para la preparación  
de las sustancias reaccionantes, el Adiprene es almacenado  
en el tanque 30 a 90°C aproximadamente. Esto significa que  
10 el Adiprene puede mantenerse durante 16 horas como máximo  
antes de que comience a degradarse, que es un tiempo adecua-  
do para garantizar un proceso continuo, ya que, como el Adi-  
prene es empleado continuamente, no permanece en el tanque  
durante más de 16 horas. Si se cierra la instalación, por  
15 ejemplo durante la noche, el Adiprene se deja enfriar en el  
tanque de almacenamiento provisto de una manta de nitrógeno  
para garantizar que la humedad del aire no afecta al Adiprene.  
Cuando se pone de nuevo en marcha la instalación, el Adi-  
prene frío en el tanque 30 puede ser calentado a 90°C en unas  
20 3 horas, calentando el aceite de la camisa que rodea al tan-  
que. El intervalo de temperatura preferido para mantener el  
Adiprene en el tanque 30 y suministrarlo a la cabeza 4 duran-  
te la operación es de 85-100°C, aunque se cree que el Adiprene  
puede resultar satisfactorio si se mantiene y suministra  
25 a una temperatura de 75 a 110°C.

La MOCA se mantiene en el tanque 40 a 120±5°C. El  
intervalo preferido es de 110 a 130°C, aunque puede ser al-  
macenada y suministrada a la cabeza mezcladora entre 105 y  
30 140°C.

Durante el cierre de la instalación, la MOCA del



1 tanque 40 se deja enfriar y también puede ser recalentada  
a su temperatura de trabajo en unas 3 horas, calentando el  
aceite de la camisa que rodea al tanque 40.

5 Se observará que el procedimiento de esta invención  
para preparar sustancias reaccionantes que utiliza la máqui-  
na desgasificadora y calentadora y los tanques de almacena-  
miento de Adiprene y MOCA hace que el sistema sea muy ade-  
cuado para una operación casi totalmente automática. En rea-  
lidad, no solo la preparación de las sustancias reaccionan-  
10 tes sino la mezcla y dispensación del poliuretano a las tu-  
berías, las técnicas de revestimiento y la fase de curado  
también pueden ser fácilmente adaptadas a la producción con-  
tinua automática.

15 En resumen, la Patente de Invención que se solici-  
ta deberá recaer sobre las siguientes:

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para la producción de un polí-  
mero a partir de un copolímero y un agente de curado del mis-  
mo, cuyo procedimiento consiste en:

20 (a) calentar el prepolímero a una temperatura com-  
prendida dentro del intervalo de reacción del agente de cu-  
rado con el prepolímero en forma líquida para curar a este  
último;

25 (b) desgasificar el prepolímero;

(c) transferir el prepolímero desgasificado y ca-  
liente a un primer tanque de almacenamiento que se mantiene  
a una temperatura prácticamente constante dentro del citado  
intervalo;

30 (d) suministrar el agente de curado en forma líquida  
a una temperatura a la cual sea capaz de curar al prepolímero



1 y por debajo de la temperatura a la que el agente de curado se deteriora;

5 (e) almacenar el agente de curado líquido en un segundo tanque de almacenamiento que se mantiene a una temperatura prácticamente constante por debajo de la temperatura a la que se deteriora el agente de curado;

10 (f) transferir continuamente el prepolímero y el agente de curado líquido calientes, mediante circuitos de reciclado, desde el primero y segundo tanques de almacenamiento respectivamente hasta conducciones discretas situadas en una cabeza mezcladora y de nuevo a los respectivos tanques de almacenamiento, siendo accionable la cabeza mezcladora continua o intermitentemente, según sea necesario, para mezclar y después descargar la mezcla de prepolímero y agente de curado.

15 2. Un procedimiento según la Reivindicación 1, donde el prepolímero líquido es calentado y desgasificado simultáneamente en un aparato desgasificador.

20 3. Un procedimiento según la Reivindicación 2, donde la cantidad de prepolímero líquido en el primer tanque de almacenamiento se mantiene dentro de niveles predeterminados mediante un sistema de funcionamiento automático combinado con la salida del aparato desgasificador.

25 4. Un procedimiento según las Reivindicaciones 2 o 3, donde el prepolímero es un sólido o un líquido muy viscoso a las temperaturas normales y donde el prepolímero es precalentado antes de introducirlo en el aparato desgasificador.

30 5. Un procedimiento según cualquiera de las precedentes reivindicaciones, donde el agente de curado es sólido a las temperaturas normales y donde se calienta hasta una



1 forma líquida antes de introducirlo en el segundo tanque de  
almacenamiento.

5 6. Un procedimiento según la Reivindicación 5, don-  
de el calentamiento del agente de curado sólido se realiza en  
un aparato calentador donde el agente de curado líquido ca-  
liente que ha de ser transferido al segundo tanque de almace-  
namiento se mantiene separado del material sólido.

10 7. Un procedimiento según cualquiera de las prece-  
dentes reivindicaciones, donde el prepolímero es un elastóme-  
ro de uretano, que, cuando se mezcla con un agente de curado  
adecuado, forma un poliuretano.

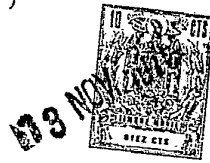
15 8. Un procedimiento según la Reivindicación 7, don-  
de el elastómero de uretano es un poliéter terminado en iso-  
cianato.

9. Un procedimiento según la Reivindicación 8, don-  
de el agente de curado es una diamina, por ejemplo 4,4'-meti-  
len-bi-(2-cloroanilina).

20 10. Un procedimiento según la Reivindicación 8, don-  
de el agente de curado es una dispersión al 50 % de un comple-  
jo de metilendianilina/cloruro sódico en ftalato de dioctilo.

25 11. Un procedimiento según cualquiera de las prece-  
dentes reivindicaciones, donde el primero y el segundo tanques  
de almacenamiento se mantienen a una temperatura prácticamen-  
te constante mediante una camisa de aceite que rodea a cada  
tanque.

30 12. Un procedimiento según la Reivindicación 11, don-  
de el prepolímero y el agente de curado son reciclados respec-  
tivamente desde el primero y el segundo tanques de almacena-  
miento a la cabeza mezcladora y de nuevo a los tanques a tra-  
vés de conductos que están rodeados por tubos de aceite a tra



1 vés de los cuales circula el aceite procedente respectiva-  
mente de las camisas de aceite del primero y segundo tan-  
ques de almacenamiento.

5 13. Un procedimiento según la Reivindicación 12,  
donde el aceite que circula por los tubos de aceite pasa  
también a través de unos conductos de aceite discretos si-  
tuados en la cabeza mezcladora para mantener los conductos  
de prepolímero y de agente de curado en la cabeza mezclado-  
ra a unas temperaturas previamente determinadas.

10 14. Un procedimiento según las Reivindicaciones  
12 o 13, donde el flujo del aceite circulante se encuentra  
en contracorriente con respecto al flujo del prepolímero y  
del agente de curado.

15 15. Se reivindica por último como objeto sobre  
el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita:  
UN PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE UN POLIMERO.

20 Todo conforme queda descrito y reivindicado en la  
presente memoria descriptiva que consta de veinticuatro pá-  
ginas mecanografiadas y dibujos adjuntos.

Madrid, 14 de Septiembre 1.973

BERNARDO UNGRIA

p.p.

25

*me*

30



FIG.1.

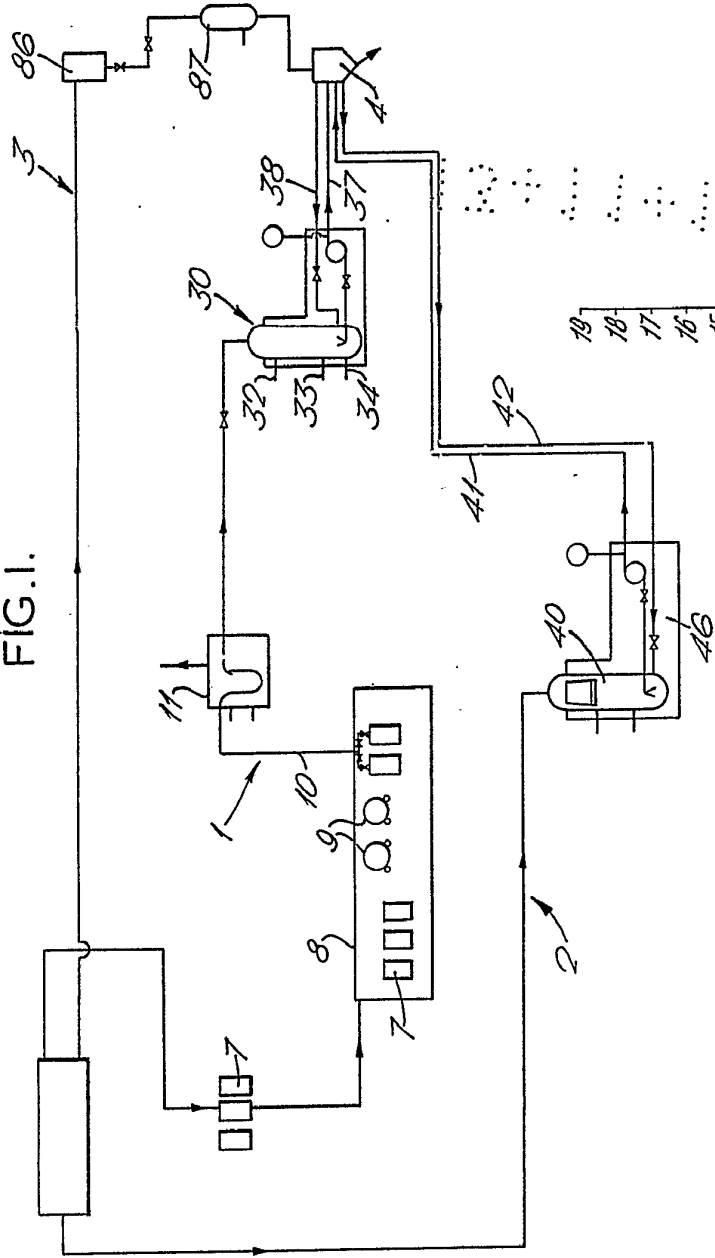
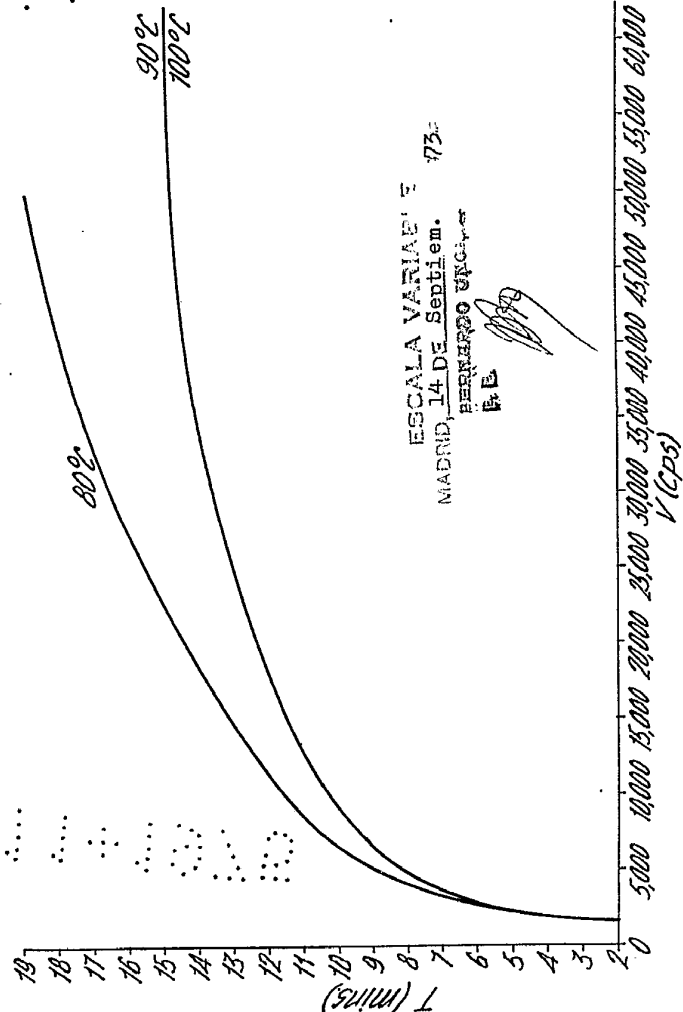
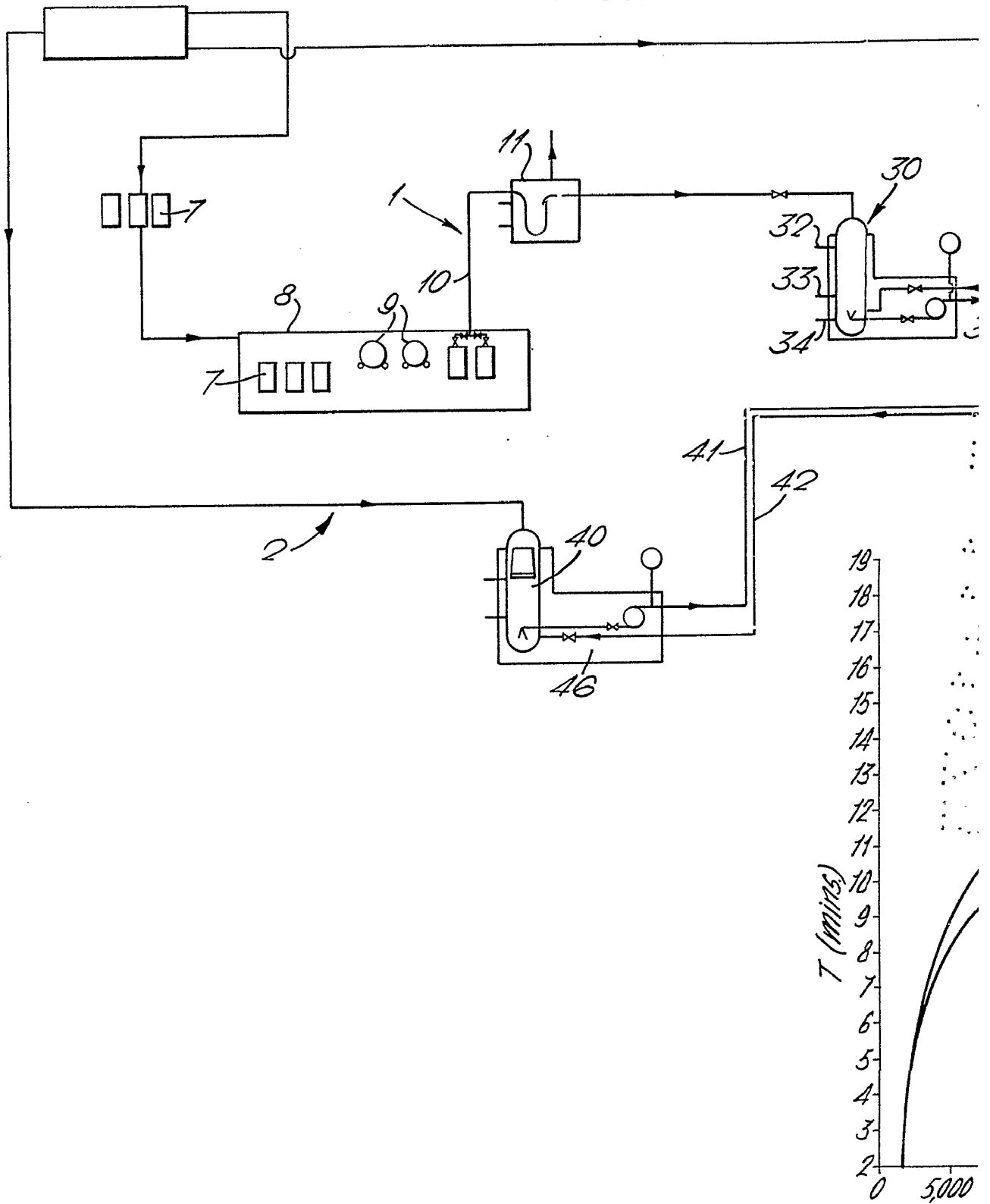


FIG.9.



ESCALA VARIANTE  
 MADRID, 14 DE SEPTIEMBRE DE 1935  
 BERNARDO VICENTE  
 F. E.

FIG. 1.



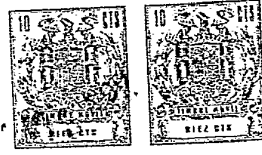
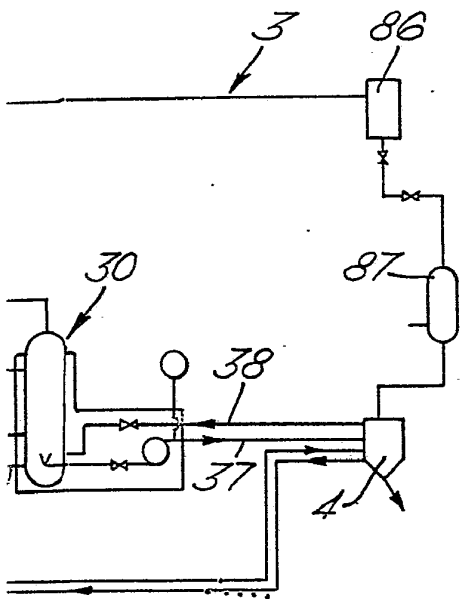
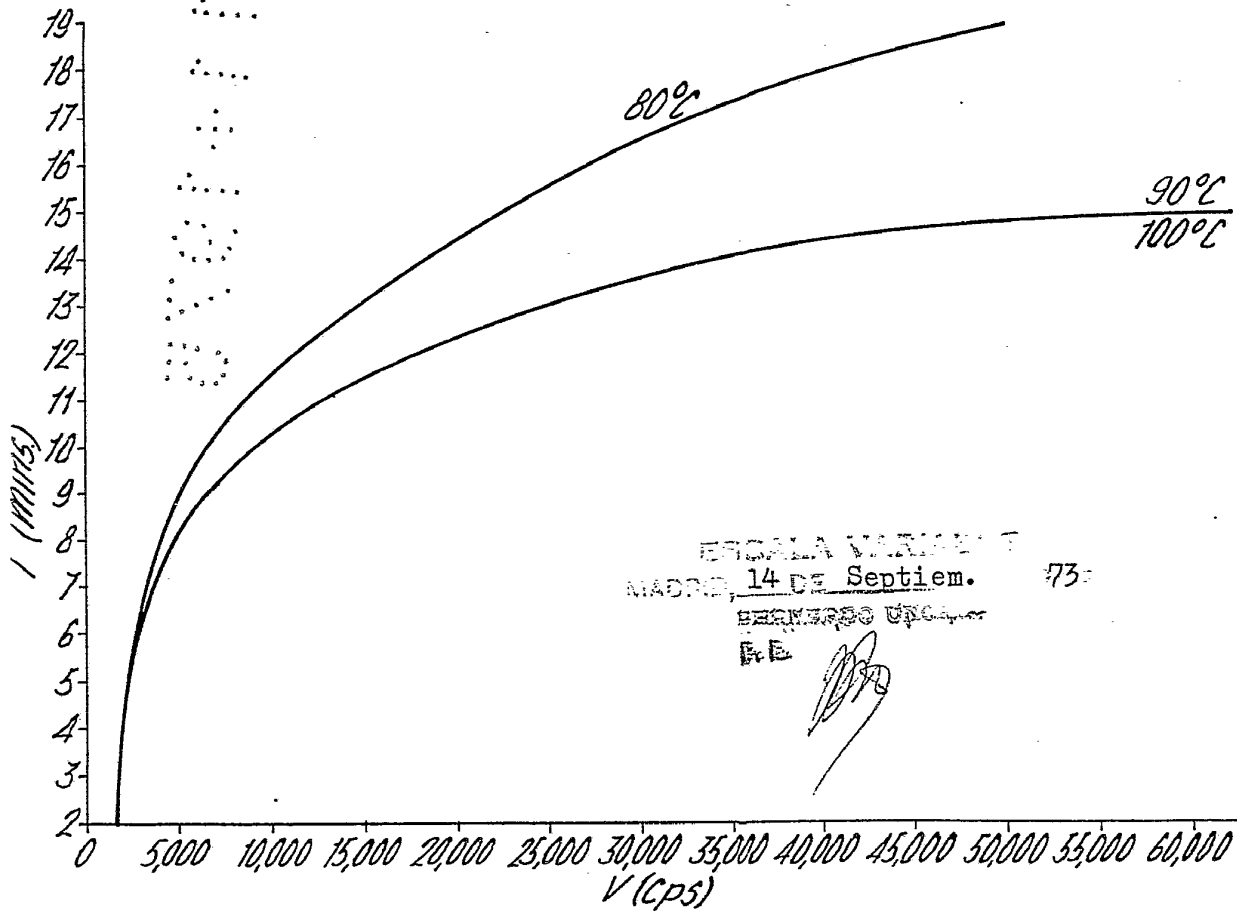
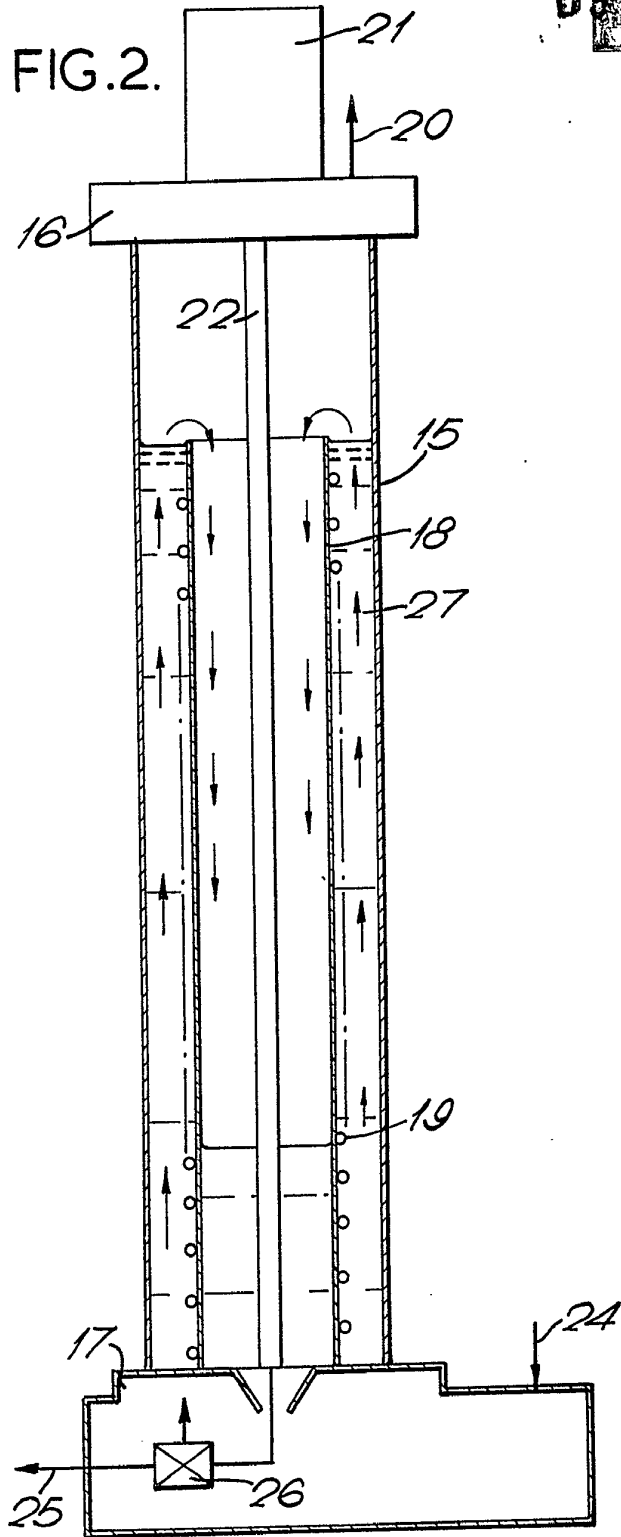


FIG. 9.



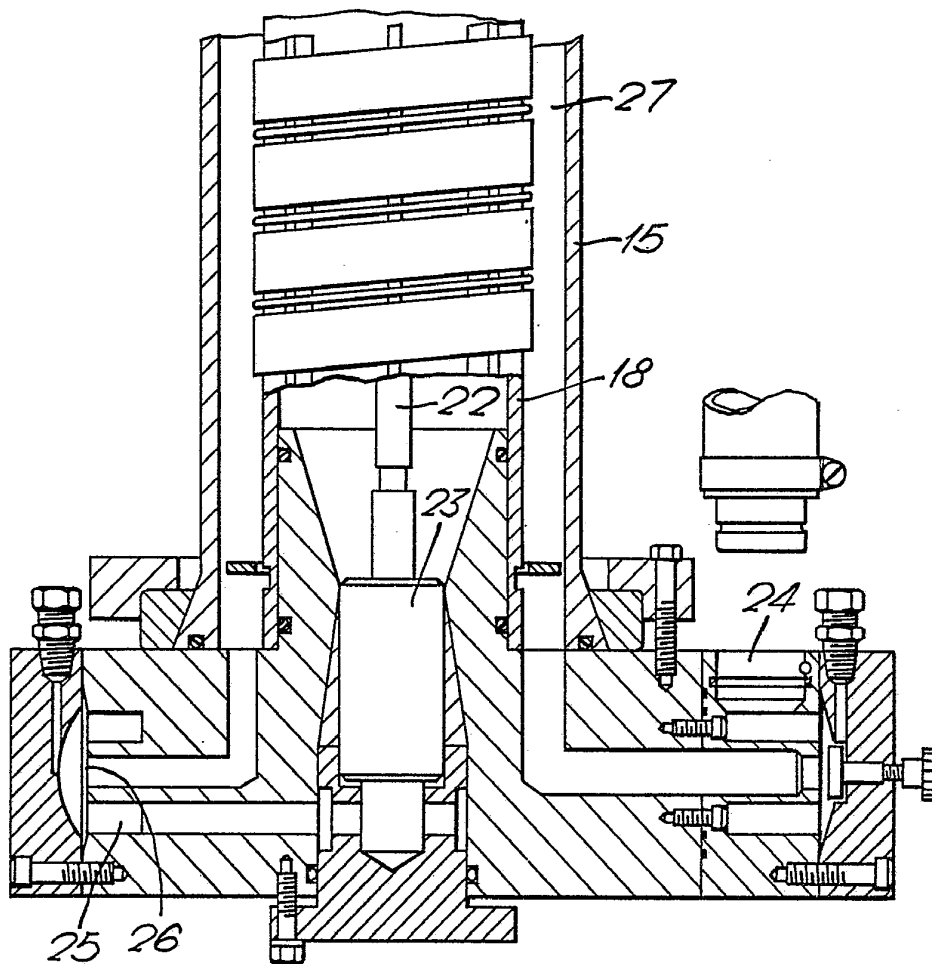
ESCALA VARIABLE  
 MADRID, 14 DE Septiem. 73  
 BERNARDO UTEGUI  
 F. E.



ESCALA VARIABLE  
MADRID, 14 DE Septiem. DE 1873=  
BERNARDO UNGRÍA  
P. P.



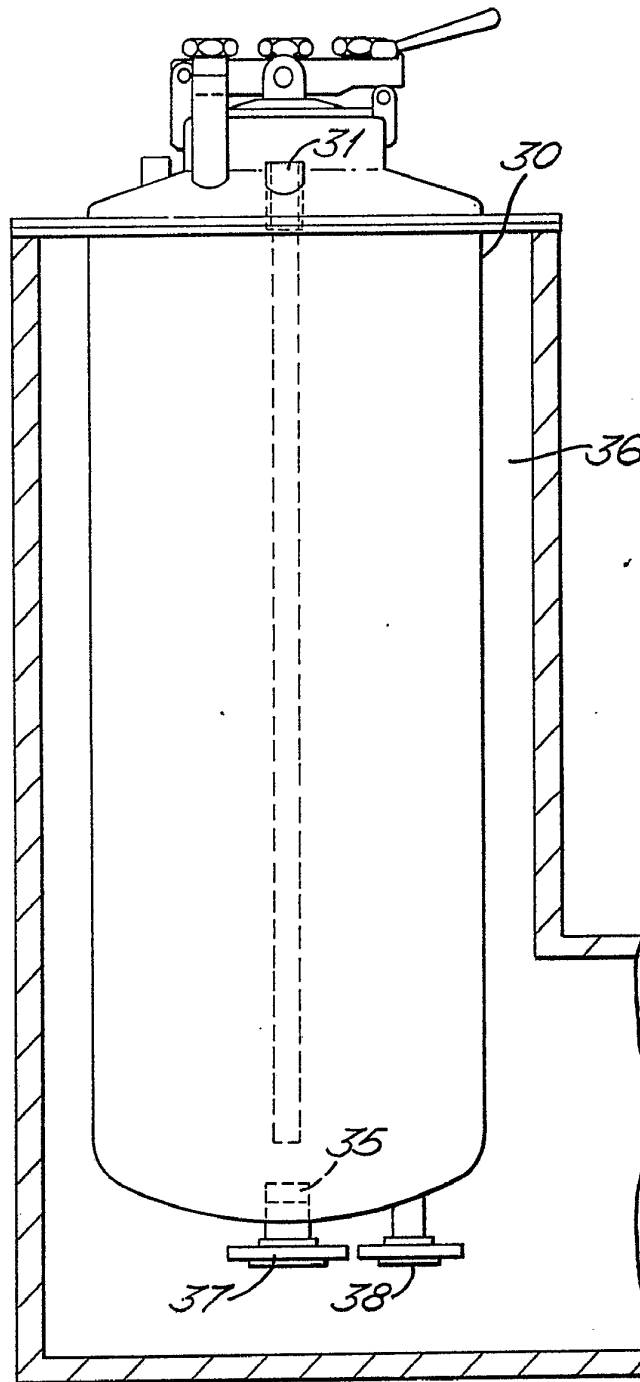
FIG. 3.



ESCALA VARIABLE  
MADRID, 14 DE Septiem. DE 1973  
BERNARDO UNGER  
P. R.



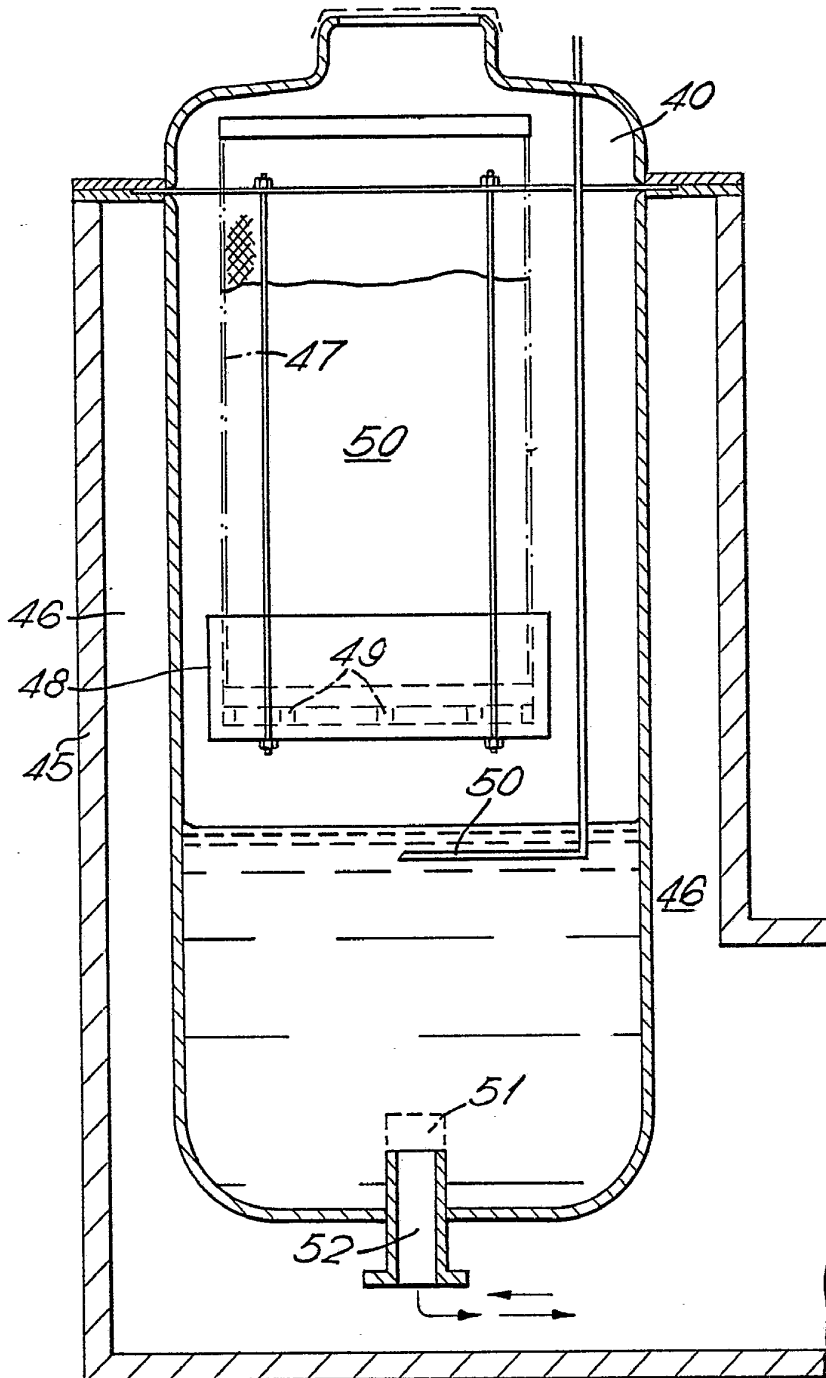
FIG. 4.



ESCALA VARIABLE  
MADRID, 14 DE Septiem. DE 10 73  
BERNARDO INGRÍA  
P. R.



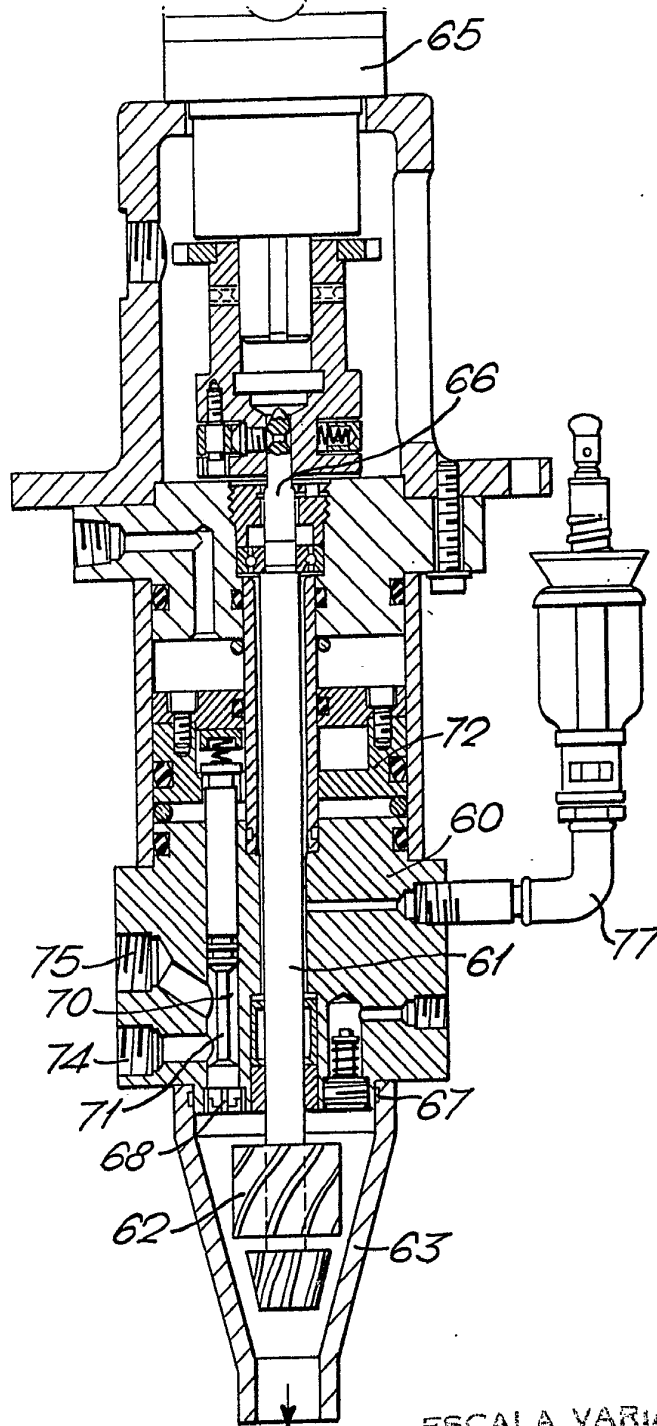
FIG. 5.



ESCALA VARIABLE  
MADRID, 14 DE Septiem. DE 19 73  
BERNARDO UNGRÍA  
P.P.



FIG.6.



ESCALA VARIABLE  
MADRID, 14 DE Septiem. DE 1973  
BERNARDO UNGRÍA  
P. P.

19 NOV 1973

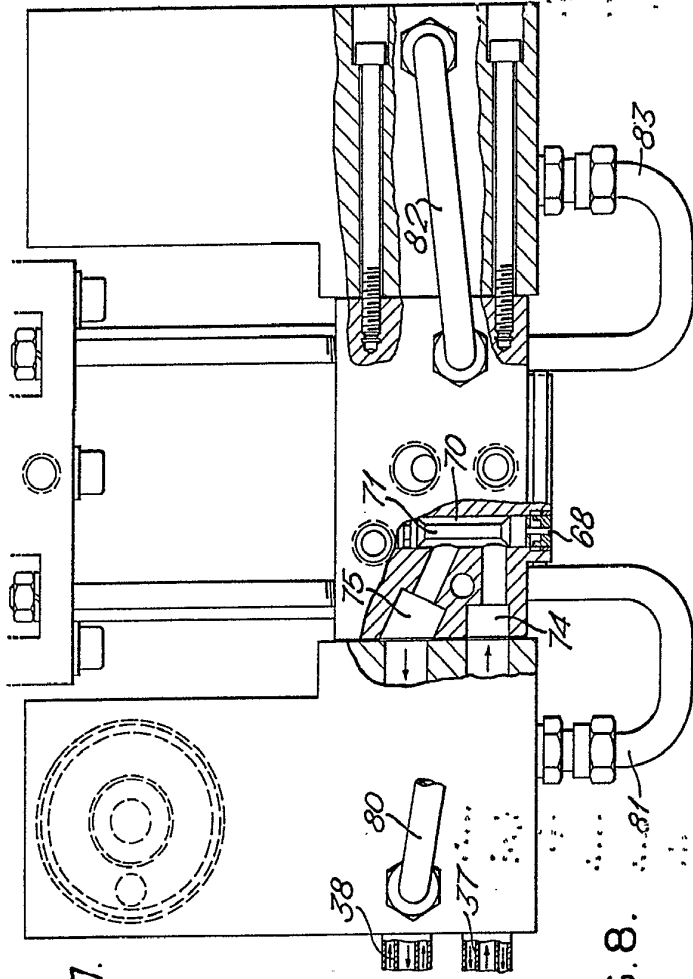


FIG. 7.

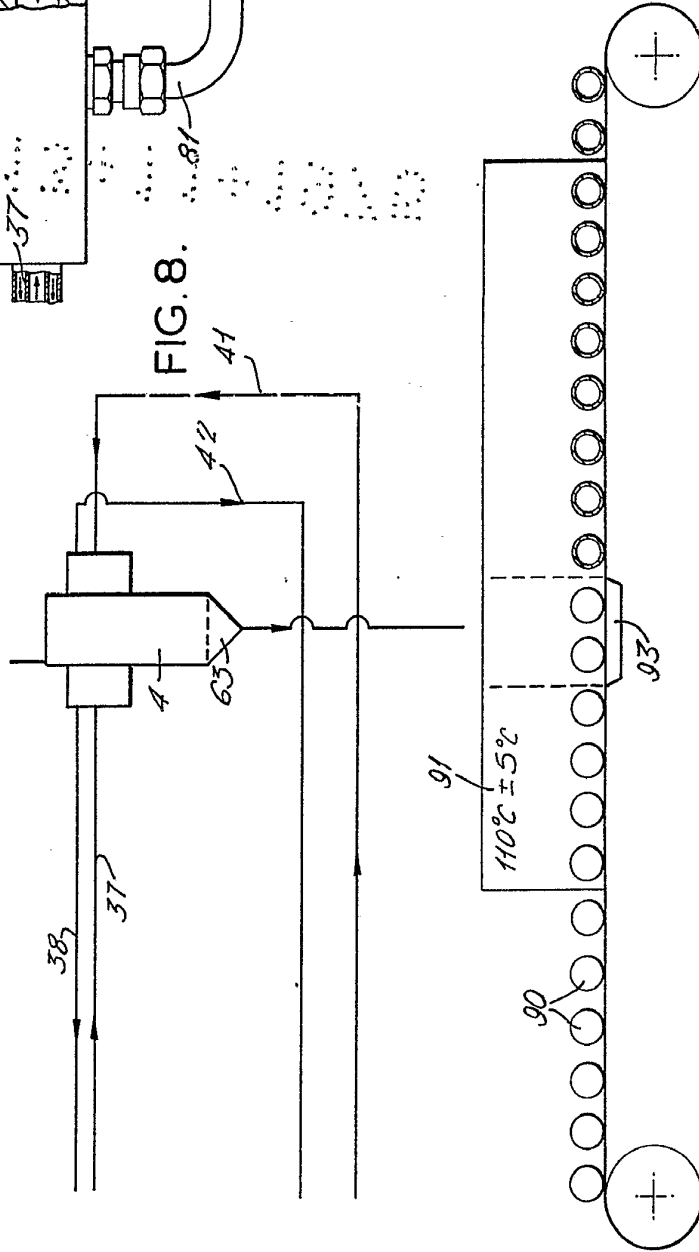


FIG. 8.

ESCUELA N.º 14 DE SEPTIEMBRE DE 1973  
 MADRID, ESPAÑA

FIG. 7.

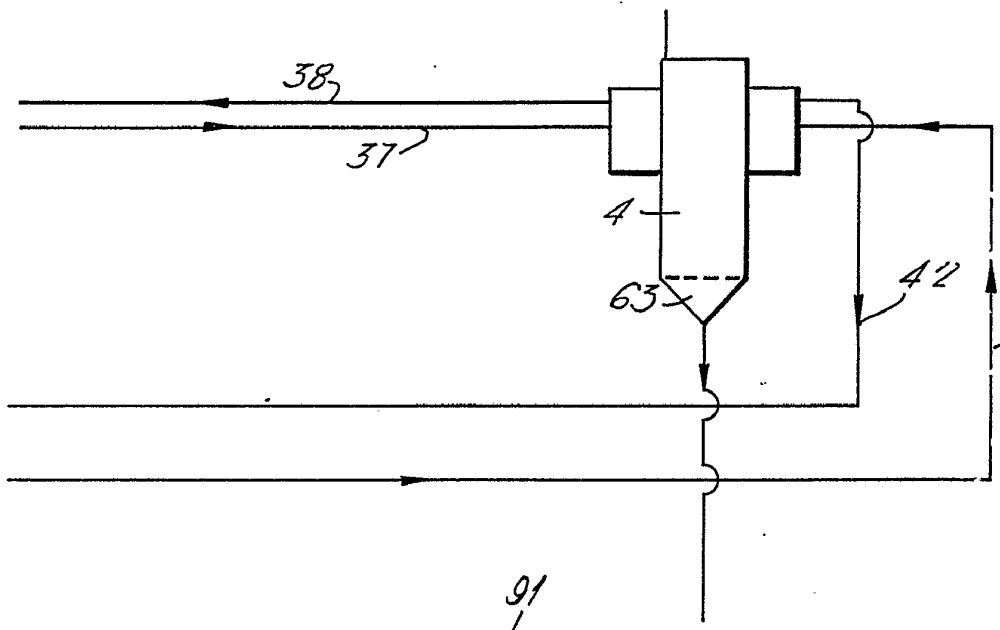
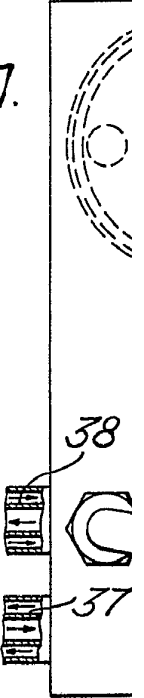
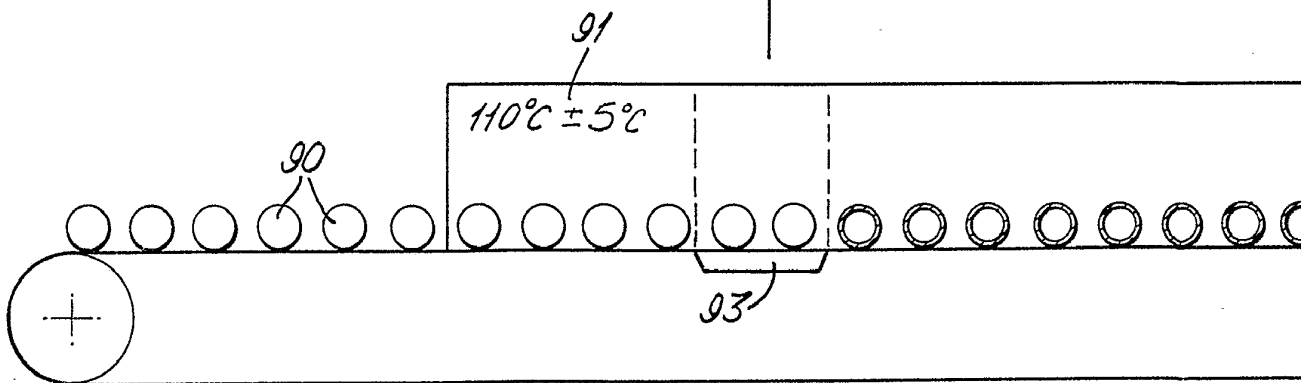
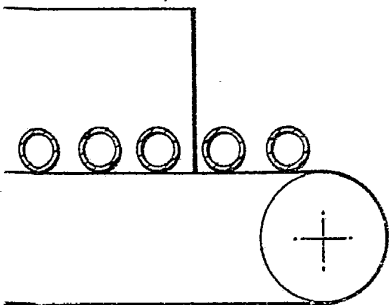
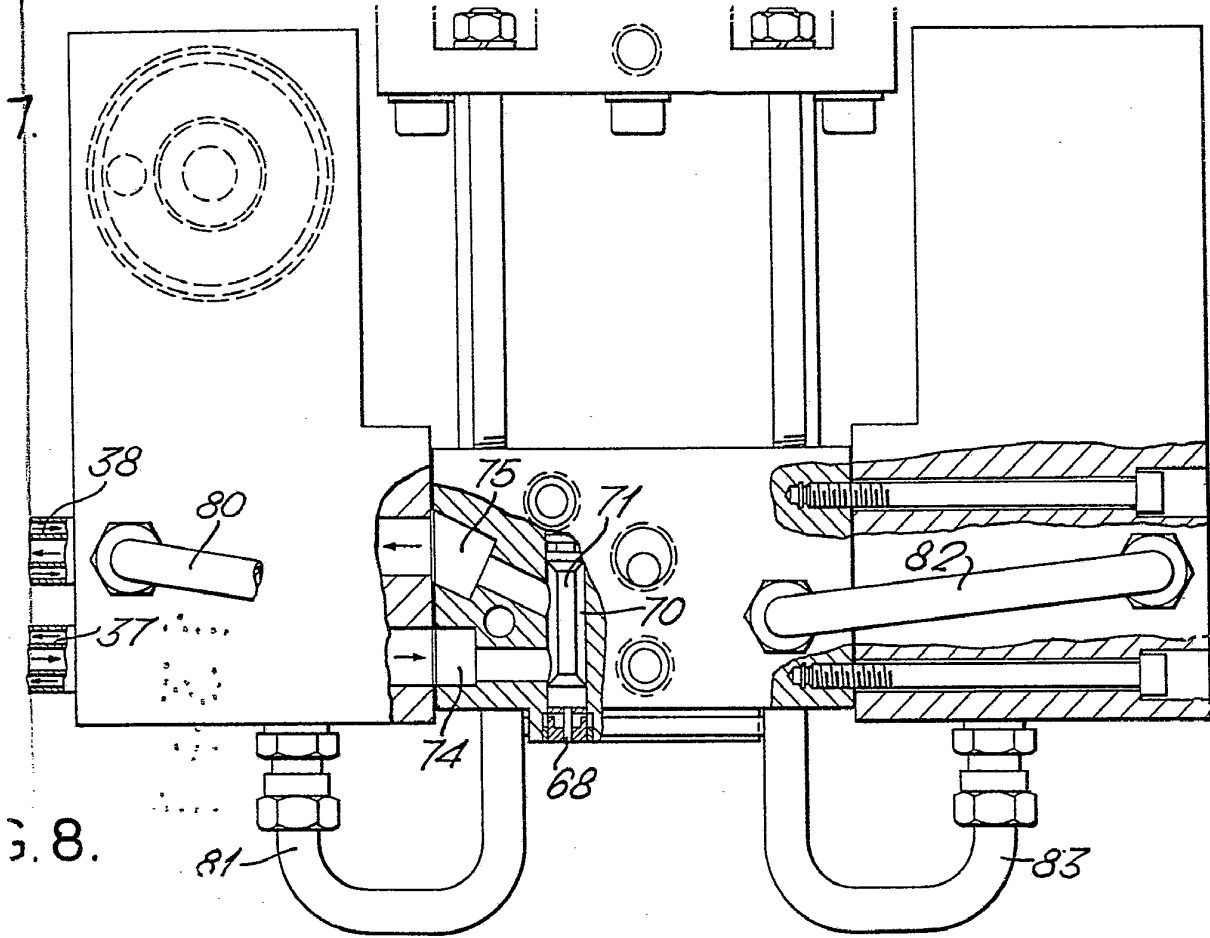


FIG. 8.



93 NOV 1973



ESTABLE  
 MADRID, 14 de Septiembre de 1973