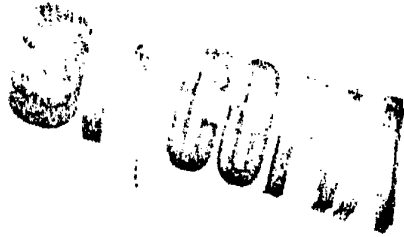


431076



Int. Cl.:	C08G	PATENTE DE INVENCION
		===== Ref: Le A 15 302-Sp.

Memoria Descriptiva

sobre:

Procedimiento para la obtención de materiales
espumados de poliuretano.

=====

Solicitante: BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, entidad alemana, residente en
Leverkusen-Bayerwerk, República Federal Alemana.

=====

La presente invención se refiere a un procedimien-
to mejorado para la obtención de poliuretanos con alto
contenido en material de carga. La mejora se logra me-
diante la adición de agentes secadores al material de
carga y mediante el empleo de sistemas catalizadores de-

terminados.

5 Por razones económicas se desea frecuentemente dotar los poliuretanos con grandes cantidades de materiales de carga ya que el abaratamiento que con ello se logra abre nuevas posibilidades de aplicación. Por otra parte, el aumento del peso específico mediante el material de carga es perjudicial para muchas aplicaciones, ya que no se puede mantener los pesos y las dimensiones necesarias. En estos casos se puede adaptar el poliuretano relleno mediante espumación a las condiciones exigidas.

10 Los poliuretanos conteniendo material de carga, en forma espumada o maciza, ya son conocidos. Así se describe el empleo de materiales de carga para poliuretanos homogéneos, por ejemplo, en J.H. Saunders y K.C. Frisch "Polyurethane Chemistry and Technology" (1.964), parte I, página 343 y parte II página 69 y siguientes, asimismo en "Bayer-Kunststoffaschenbuch", 3ª edición 1.963, página 138 y en la hoja de observaciones de Bayer AG sobre "Desmoflex[®]" del 1.9.1967. También H. Gruber informa sobre este particular en "Polyurethanbeschichtungen im Strassenbau" (Kunststoffe im Bau, cuaderno de temas 9, editorial "Strassenbau, Chemie, Technik, 1er trimestre 1.968, Verlags-CmbH Heidelberg).

20 La publicación alemana DOS 1 816 309 se ocupa de la obtención de materiales espumados de poliuretano conteniendo material de carga. En el procedimiento aquí descrito se produce la formación de espuma por el agua adsorbida por el material de carga, que, en forma conocida, reacciona con el isocianato libre bajo disociación de CO₂.

25 Para la aplicación técnica de materiales de poliuretano altamente rellenos son condición previa unas prescripcio

30

nes de fabricación standardizadas y propiedades reproducibles. Los materiales de carga contienen siempre cantidades irregulares de agua adsorbida que, debido al elevado equivalente de NCO del agua en comparación con los polioles, exige grandes oscilaciones en la dosificación del poliisocianato para garantizar una proporción entre NCO/OH que sea constante, especialmente por los índices OH de los poliolos relativamente bajos debidos a la elevada proporción de material de carga. Un control exacto del agua arrastrada por los materiales de carga resulta importante, ya que en los productos industriales, tales como polioles y poliisocianatos, el contenido en grupos reactivos puede desde un principio oscilar dentro de ciertos límites y, además, en la elaboración continua industrial y dosificación en volumen de los productos de partida, a través de las bombas, se pueden presentar asimismo divergencias en las proporciones de NCO/OH. Por lo tanto, es grande el peligro de que, debido a la suma de estas oscilaciones, se formen productos inservibles.

La eliminación del agua adsorbida por el material de carga mediante secado a temperaturas más elevadas sería técnicamente posible pero muy complicado y costoso. Por otra parte, el ajuste de una cantidad de agua constante exige primeramente una determinación exacta del contenido de agua en la mezcla de poliol/material de carga. Esto precisa tiempo y va frecuentemente ligado a una interrupción de la fabricación continua. Como el contenido de agua se ha de ajustar como mínimo a la cantidad que puede ser arrastrada como máximo por el material de carga, la fabricación de las espumas solo es posible por debajo de un peso específico dado por esta cantidad de agua, mientras espumas más pesadas no son obtenibles.

Además del agua se han propuesto por A. Höchtlen y W. Droste (patente alemana 913 474, 1.954), como "agentes de propulsión" en la obtención de espumas de poliuretano, los di solventes de bajo punto de ebullición, la introducción a pre sión de gas y el empleo de compuestos con grupos carboxilo li bre que, como es sabido, reaccionan con los isocianatos bajo disociación de CO₂. Esta vía sin embargo tampoco aporta una solución al problema impuesto, ya que aquí el contenido de agua desigual en los materiales de carga no permite propiedades reproducibles de la espuma.

La presente invención tiene el cometido de eliminar las dificultades descritas en la obtención de materiales espumados con materiales de carga. Otra exigencia según la presente in vención es, al mismo tiempo, una buena elaboración y fabrica- ción racional de la mezcla reactiva líquida, es decir, por una parte, largos tiempos de procesabilidad y, por otra parte, tiempos de solidificación breve.

El objeto de la invención es un procedimiento para la obtención de materiales espumados de poliuretano con un conte- nido en materiales de carga superior a un 50 % en peso, refe- rido al poliuretano, a partir de poliéteres con un peso mole- cular de 400 - 10.000 polisocianatos y, en caso dado, polio- les de bajo peso molecular, bajo empleo de activadores y agen- tes de propulsión, que se caracteriza porque se mezclan entre sí

- a) poliéteres,
- b) materiales de carga minerales
- c) agentes química o físicamente ligadores de agua
- d) activadores de la clase de las amidinas monocíclicas o bi- cíclicas y

e) ácidos monocarboxílicos y/o compuestos orgánicos de bajo punto de ebullición o bien disociadores de gases, así como en caso dado ulteriores agentes de propulsión, se hace reaccionar con los poliisocianatos y en caso dado con los policoles de bajo peso molecular y la mezcla de reacción se solidifica mediante breve calentamiento a temperaturas más elevadas.

Para la formación de la espuma se pueden batir o introducir a presión también aire u otro gas, en caso dado en combinación con las sustancias arriba mencionadas bajo e). El batido o la introducción a presión de aire se puede realizar tanto antes como también después de la adición de los poliisocianatos o simultáneamente con ellos. En caso dado pueden estar también presentes los emulsionantes y estabilizadores en sí conocidos en la técnica de la espumación.

Las amidinas cíclicas, empleadas según la presente invención como activadores, cumplen las condiciones de elaboración exigidas, es decir, largos tiempos de procesabilidad y rápida solidificación bajo breve calentamiento a temperaturas más elevadas. El largo tiempo de procesabilidad a temperatura ambiente permite nuevas técnicas de procedimiento, por ejemplo, la fabricación de láminas o placas igualadas, espumadas, mediante aplicación a rasqueta.

Mediante el empleo de ácidos carboxílicos y/o compuestos disociadores de gases o de bajo punto de ebullición, o bien de aire como agentes propulsores bajo ligado simultáneo del agua, se permite la fabricación de espuma reproducible con un peso específico que se determina solo por la cantidad del agente de propulsión agregado.

Las espumas obtenidas según la presente invención, bajo

el empleo simultaneo de amidinas cíclicas y ácidos carboxílicos, muestran sorprendentemente una estructura de la espuma como en otro caso solamente se logra mediante el empleo de los conocidos estabilizadores a base de silicona. La adición de tales compuestos, por lo tanto, ya no es necesaria, lo que representa una ulterior ventaja del procedimiento de la presente invención.

Como componentes de partida se emplean en el procedimiento de la presente invención poliéteres con un peso molecular de 400 - 10.000 y 2 a 8 grupos hidroxilo, tal y como son conocidos para la obtención de poliuretanos homogéneos y/o celulares. Tienen preferencia los poliéteres con un peso molecular de 500 a 5.000 y 2 a 4 grupos hidroxilo.

Los poliéteres que entran en consideración según la presente invención se obtienen, por ejemplo, por polimerización de tetrahidrofurano o epóxidos, tales como óxido etilénico, óxido propilénico, óxido butilénico, óxido estirénico o epoclorohidrina consigo mismo, por ejemplo, en presencia de BF_3 o por adición de estos epóxidos, en caso dado en mezcla o consecutivamente, con componentes de partida con átomos de hidrógeno reactivos, tales como alcoholes o aminas, por ejemplo, agua, etilenglicol, propilenglicol-(1,3) ó -(1,2), trimetilolpropano, 4,4'-dihidroxidifenilpropano, anilina, amoniaco, etanolamina o etilendiamina. También entran en consideración los poliéteres de sucrosa, tal y como se describen, por ejemplo, en las publicaciones alemanas DAS 1 176 358 y 1 064 938. Frecuentemente tienen preferencia aquellos poliéteres que muestran primordialmente grupos OH primarios (hasta un 90 % en peso, referido a todos los grupos OH existentes en el poliéter). También son adecuados los poliéteres modificados por polímeros

de vinilo, tal y como se forman, por ejemplo, por polimerización de estireno, acrilnitrilo en presencia de poliéteres (patentes americanas 3 383 351, 3 304 273, 3 523 093, 3 110 695, patente alemana 1 152 536) así como los polibutadienos que tienen grupos OH.

En caso dado se pueden emplear, además de los poliéteres, en el procedimiento de la presente invención, polioles con un peso molecular inferior a 400. Como ejemplos de tales compuestos sean mencionados etilenglicol, propilenglicol-(1, 2) y -(1,3), butilenglicol-(1,4) y -(2,3), hexandiol-(1,6), octandiol-(1,8), neopentilglicol, 1,4-bis-hidroximetilciclohexano, 2-metil-1,3-propandiol, glicerina, trimetilolpropano, hexantriol-(1,2,6), butantriol-(1,2,4), trimetiloletano, pentaeritrita, quinita, manita y sorbita, glicosido metílico, además dietilenglicol, trietilenglicol, tetraetilenglicol, polietilenglicoles, dipropilenglicol, polipropilenglicoles, dibutilenglicol y polibutilenglicoles.

Según la presente invención se pueden emplear poliisocianatos aralifáticos, aromáticos y heterocíclicos, por ejemplo, 1,3- y 1,4-fenilendisocianato, 2,4- y 2,6-toluidilendisocianato, así como mezclas arbitrarias de estos isómeros, difenilmetan-2,4'- y/o -4,4'-disocianato, naftilen-1,5-disocianato, trifenilmetano-4,4',4"-trisisocianato, polifenil-polimetilen-poliisocianatos, obtenidos por condensación de anilina-formaldehído y ulterior fosgenación, y que se describen, por ejemplo, en las patentes británicas 874 430 y 848 671, los arilpoliisocianatos perclorados según la publicación alemana DAS 1 157 601, los poliisocianatos que llevan grupos carbodimida, tal y como se describen en la patente alemana 1 092 007, los disocianatos mencionados en la patente americana 3 492 330,

los poliisocianatos que llevan grupos alofanatos tal y como se describen, por ejemplo, en la patente británica 994 890, en la patente belga 761 626 y en la publicación holandesa 7 102 524, los poliisocianatos que llevan grupos isocianurato, tal y como se describen, por ejemplo, en las patentes alemanas 1 022 789, 1 222 067 y 1 027 394, así como en las publicaciones alemanas DOS 1 929 034 y 2 004 048, los poliisocianatos que llevan grupos uretano, por ejemplo, según la patente belga 752 261 o la patente americana 3 394 164, los poliisocianatos que llevan grupos úrea acilados, mencionados en la patente alemana 1 230 778, los poliisocianatos que llevan grupos biuret tal y como se describen por ejemplo en la patente alemana 1 101 394, en la patente británica 889 050 y en la patente francesa 7 017 514, los poliisocianatos obtenidos por reacciones de telomerización según la patente belga 723 640, los poliisocianatos que llevan grupos éster, tal y como se describen, por ejemplo, en las patentes británicas 956 474 y 1 072 956, en la patente americana 3 567 763 y en la patente alemana 1 231 688, así como los productos de reacción de los isocianatos arriba mencionados con acetales según la patente alemana 1 072 385.

También es posible emplear los residuos de destilación que llevan grupos isocianato que se obtienen en la fabricación industrial de isocianatos, en caso dado disueltos en uno o varios de los poliisocianatos antes mencionados. Además es posible emplear mezclas arbitrarias de los poliisocianatos mencionados.

Por regla general tienen especial preferencia los poliisocianatos de fácil obtención industrial, por ejemplo, el 2,4- y 2,6-toluidendisocianato, así como las mezclas arbitra

5 rias de estos isómeros ("TDI"), los polifenilpolimetileno-
isocianatos, tal y como se obtienen por condensación de anili-
na-formaldehído y ulterior fosgenación ("MDI en bruto"), y
los poliisocianatos que contienen grupos carbodiimida, ureta-
no, alofanato, isocianurato, grupos úrea o biuret (así llama-
dos "poliisocianatos modificados").

10 Agentes secadores para el procedimiento de la presente
invención son especialmente los aluminosilicatos alcalinos, así
llamados tamices moleculares, tal y como se conocen, por ejem-
plo, bajo el nombre comercial "zeolita". También se pueden
emplear los óxidos de Ca y Ba. Los agentes secadores se em-
plean en una cantidad que garantice el ligado de la cantidad
de humedad máxima arrastrada por los materiales de carga. Por
lo general se emplean 1 a 10 % en peso de agentes secador, re-
15 ferido al poliuretano.

20 Los ácidos monocarboxílicos, que sirven en el procedi-
miento de la presente invención como agentes de propulsión,
son preferentemente aquellos de la serie de los ácidos grasos
con 6 a 25 átomos de carbono, por ejemplo, ácido oléico, áci-
do ricinólico, ácido estearínico o ácido laurínico. También
entran en consideración el ácido ciclohexancarboxílico, ácido
W-hidroxicaprónico y los poliésteres de ácidos dicarboxílicos
y glicoles con índice de acidez alto. Tiene especial prefe-
rencia el ácido ricinólico. Con preferencia se emplean según
25 la presente invención 0,5 a 20 partes en peso de ácido mono-
carboxílico por 100 partes en peso de poliuretano, con espe-
cial preferencia 1 - 10 partes en peso.

30 Además, en el procedimiento de la presente invención se
pueden emplear también unas 0,2 a 20 partes en peso, referido
al poliuretano, de sustancias orgánicas, fácilmente volátiles

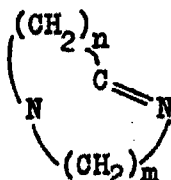
(punto de ebullición, preferentemente inferior a 100°C), por ejemplo, acetona, acetato de etilo, alcanos halógeno-sustituidos, tales como cloruro metilénico, cloroformo, cloruro de etilideno, cloruro de vinilideno, monofluortriclorometano, cloruro de fluormetano, además butano, hexano, heptano o dietiléter. El efecto propulsor deseado se puede lograr también mediante compuestos que se descomponen a temperaturas más elevadas bajo disociación de gases, por ejemplo, de nitrógeno, por ejemplo, compuestos azóicos, tales como azoisobutironitrilo. Otros ejemplos de agentes propulsores, que en caso dado se pueden emplear junto con los compuestos mencionados, así como detalles sobre el empleo de los agentes propulsores, figuran en el Kunststoff-Handbuch, tomo VII, editado por Vieweg und Höchtlen, Carl-Hanser Verlag, München 1.966, por ejemplo, en las páginas 108 y 109, 453 a 455 y 507 a 510.

Como materiales de carga son adecuados, según la presente invención, ante todo los minerales de origen natural tales como creta, caolina, barita, cuarzo, harina de pizarra, etc. en forma finamente repartida, así como las mezclas de estas sustancias entre sí o con otros materiales de carga inertes. Los materiales de carga se emplean aquí, por lo general, en cantidades de un 50 a 350 % en peso, referido a la masa de poliuretano.

Como catalizadores se emplean en el procedimiento de la presente invención aproximadamente 0,001 - 10 partes en peso, preferentemente 0,1 - 5, con especial preferencia 0,3 - 1 partes en peso (referido al poliuretano), de amidinas cíclicas, tal y como se describen, por ejemplo, en la publicación alemana DOS 1 720 633.

Amidinas bicíclicas adecuadas son, por ejemplo, los

compuestos de fórmula general

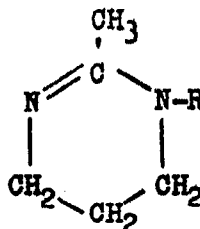


5

donde m significa 2 ó 3 y n significa 3, 4 ó 5.

Como amidinas monocíclicas sean mencionados, por ejemplo, los compuestos de fórmula general

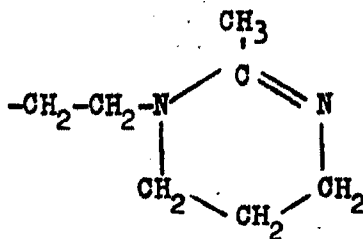
10



15

donde R significa un resto alifático, cicloalifático, aralifático o aromático, en caso dado ramificado y/o conteniendo heteroátomos con 1 a 15 átomos de carbono, por ejemplo, metilo, ciclohexilo, 2-etilhexilo, bencilo, ciclohexilmetilo, etoxilo o un resto de fórmula

20



25

Además, en el procedimiento de la presente invención se pueden emplear simultáneamente otros catalizadores. Ejemplos de éstos, así como detalles sobre el modo de actuación de los catalizadores, se describen en Kunststoff-Handbuch, to

30

mo VII, editado por Vieweg y Höchtlen, Carl-Hanser-Verlag, München 1.966, por ejemplo, en las páginas 96 a 102.

5 Es posible, pero no imprescindible, emplear en el procedimiento de la presente invención simultaneamente aditivos tensioactivos (emulsionantes y estabilizadores de la espuma). Como emulsionantes entran, por ejemplo, en consideración las sales sódicas de los sulfonatos de aceite de ricino o también de ácidos grasos o las sales de ácidos grasos con aminas, tales como por ejemplo dietilamina, ácido oléico o dietanolamina 10 ácido esteárica. También se pueden emplear las sales alcalinas o amónicas de ácidos sulfónicos, tales como por ejemplo del ácido dodecibencenosulfónico o ácido dinaftilmetandisulfónico, o también de ácidos grasos, tales como ácido ricinólico o de ácidos grasos polímeros.

15 Como estabilizadores de la espuma entran ante todo en consideración los polietersiloxanos hidrosolubles. Estos compuestos se preparan generalmente por enlace de un copolímero de óxido etilénico y óxido propilénico con un resto de polidimetilsiloxano. Tales estabilizadores de la espuma se describen, por ejemplo, en la patente US 2 764 565.

20 Otros ejemplos de aditivos tensioactivos y estabilizadores de la espuma, así como reguladores de células, retardadores de la reacción, estabilizadores, sustancias inhibidoras de la inflamación, plastificantes, colorantes y materiales de carga, así como sustancias de efecto fungiestático y bacterioestático, a emplear en caso dado simultaneamente en la presente invención, así como detalles sobre el empleo y modo de actuación de estos aditivos, figuran en Kunststoff-Handbuch, 25 tomo VII, editado por Vieweg y Höchtlen, Carl-Hanser-Verlag, München 1.966, por ejemplo en las páginas 103 a 113.

Los componentes de reacción se hacen reaccionar según la presente invención en forma en sí conocida por el procedimiento de una sola etapa, el procedimiento de prepolímero o el procedimiento de semipropolímero, sirviéndose para ello frecuentemente de instalaciones mecánicas, por ejemplo, de aquellas según la patente US 2 764 565. Detalles sobre instalaciones de elaboración adecuadas se describen en Kunststoff-Handbuch, tomo VI, editado por Vieweg y Höchtlen, Carl-Hanser-Verlag, München 1.966, por ejemplo en las páginas 121 a 205.

El procedimiento de la presente invención se realiza preferentemente de la manera siguiente:

En una caldera provista de agitador se mezcla primeramente el poliéster o bien la mezcla de poliéster con el agente de propulsión y el activador y a continuación se introduce y agita el agente secador y el material de carga.

Para lograr una distribución lo más igualada posible del material de carga se recomienda el empleo de un disolvente, siendo también conveniente una ulterior homogenización de la mezcla que contiene el material de carga, por ejemplo, con un cilindro de fricción. La mezcla terminada se puede seguir elaborando directamente. La masa altamente viscosa se alimenta en forma continua, mediante bombas, preferentemente bombas de tornillo sin-fin excéntrico, dosificada, a un dispositivo mezclador en el que simultáneamente, a través de otra bomba dosificadora, por ejemplo una bomba de émbolo o engranajes, se introduce la cantidad calculada de poliisocianato (proporción NCO/OH aprox. 0,9 - 1,3, preferentemente 1,1 - 1,3). Convenientemente se introduce a través de una tobera una ligera cantidad de aire en el dispositivo mezclador para iniciar la formación de espuma. La masa reactiva que fluye del disposi-

tivo mezclador se vierte en moldes y mediante calentamiento a temperaturas de unos 90°C se solidifica en el plazo de pocos minutos. Para la obtención de láminas o bandas más gruesas se puede cargar la masa reactiva sobre una cinta de transporte adecuada, por delante de una rasqueta, y se conduce a través de un canal de calentamiento a temperaturas de unos 100 - 120°C. Después de unos 2 minutos se puede retirar de la cinta de transporte la lámina espumada solidificada. De esta manera es posible fabricar láminas de poliuretano, rellenas de uno o varios mm de espesor con una piel exterior cerrada por ámbos lados, en forma económica y sencilla.

La misma técnica se puede emplear para el recubrimiento de tejidos, por ejemplo, también para el lado trasero de tapices, vertiendo simplemente la capa rasquetada, aún líquida, y conduciéndola con este a través del canal de calefacción. A la inversa, también se puede aplicar una mezcla de poliuretano reactiva, delante de una rasqueta, sobre el tejido.

El peso específico de las espumas obtenidas según la presente invención asciende por lo general a un 20 a 75 % del de aquellas del poliuretano conteniendo material de carga correspondiente sin espumar. Además de como recubrimientos para el lado trasero de tapices, las espumas de poliuretano que contienen material de carga según la presente invención pueden servir para la fabricación de juntas, (por ejemplo para filtros de aire en vehículo o para tubos de arcilla), para láminas o bandas para el recubrimiento textil para la mortiguación de ruidos o como masas de recubrimiento en la construcción.

Los ejemplos siguientes explican el procedimiento de

la presente invención.

Ejemplo 1

Una mezcla de 100 partes en peso de un polipropilenglicoléter lineal, con un índice OH de 56, 0,8 partes en peso de ácido oléico, 4 partes en peso de una pasta de aluminosilicato sódico y aceite de ricino en proporción 1 : 1 (a continuación denominada "pasta zeolita T") 0,35 partes en peso de 2,3-dimetil-3,4,5,6-tetrahidropirimidina y 250 partes en peso de creta (calcita) se evacua durante 30 minutos bajo agitación y después se agita a presión normal durante 2 minutos intensamente bajo renovación constante de la superficie. A continuación se introducen y mezclan 16,1 partes de un polifenil-poli metilen-poliisocianato con un contenido NCO de un 31 %, en el transcurso de 30 segundos a temperatura ambiente. La mezcla se vierte sobre una placa fría, se pasa a través de una rasqueta y la placa se calienta a 110^o C. Después de unos 15 minutos ha solidificado a un polietano espumado con las siguientes propiedades:

Resistencia kp/cm ²	Alargamiento to %	Dureza Shore A	Peso específico co g/cm ³	Peso específico co del poli- uretano sin espumar g/cm ³
4,9	37	43	1,16	1,77

Vertiendo la mezcla reactiva sobre una cinta de transporte dotada de un agente separador, delante de una rasqueta, y calentando, después de rasquetar, mediante medidas adecuadas, por ejemplo, irradiación con infrarrojos, calefacción de alta frecuencia o también aire calentado, rápidamente a 80 - 90^oC solidifica en 1 - 2 minutos a espuma de poliuretano.

Para la obtención de piezas moldeadas se vierte en moldes que se han calentado a unos 40 - 50^oC, siendo el tiempo

necesario para la solidificación en este caso dependiente del tiempo necesario para calentar a unos 80° C.

Ejemplo 2.

5

Una mezcla de 89 partes en peso de un polipropilenglicoléter, lineal, modificado con óxido etilénico, con un peso molecular de 4.000, 8 partes en peso de dipropilenglicol, 3 partes en peso de aceite ricinólico, 4 partes en peso de pasta de zeolita T, 0,6 partes en peso de la pirimidina mencionada en el ejemplo 1 y 300 partes en peso de sulfato de bario se hacen reaccionar como en el ejemplo 1 con 27,1 partes en peso del poliisocianato allí descrito. La espuma de poliuretano obtenida tiene las siguientes propiedades:

10

15

Resistencia kg/cm ²	Alargamiento %	Dureza Shore A	Peso específico g/cm ³	Peso específico del poliuretano sin espumar g/cm ³
4,6	121	44	1,16	2,25

Ejemplo 3

20

84 partes en peso de un polipropilenglicoléter modificado con óxido etilénico y un peso molecular de 2.000, 7 partes en peso de dipropilenglicol, 9 partes en peso de aceite ricinólico, 4 partes en peso de pasta de zeolita T y 0,6 partes en peso de la pirimidina del ejemplo 1 se mezcla bien con 150 partes en peso de calcita y después se hace reaccionar, como en el ejemplo 1, con 36,5 partes en peso del poliisocianato del ejemplo 1. El poliuretano obtenido tiene las siguientes propiedades:

25

Resistencia kg/cm ²	Alargamiento %	Dureza Shore A	Peso específico g/cm ³
3,4	62	21	0,48

Ejemplo 4

5 93 g del polipropilenglicoléter del ejemplo 3, 7 g de dipropilenglicol, 0,5 g de un estabilizador de espuma usual a base de silicona, 0,2 g de acetona, 4 g de pasta de zeolita T, 0,35 g de la pirimidina del ejemplo 1, 250 g de calcita y 30,5 g del poliisocianato del ejemplo 1, se elaboran como en el ejemplo 1. El poliuretano obtenido tiene las siguientes propiedades:

10

Resistencia	Alargamiento	Dureza Shore A	Peso específico
<u>kg/cm²</u>	<u>%</u>	<u></u>	<u>g/cm³</u>
8,8	42	63	1,15

Ejemplo 5

15 93 g del poliéster del ejemplo 1, 7 g de dipropilenglicol, 3 g de ácido estearínico, 4 g de pasta de zeolita T, 0,35 g de la pirimidina del ejemplo 1 y 250 g de calcita se hace reaccionar como en el ejemplo 1, con 32,6 partes en peso del poliisocianato allí descrito. La espuma de poliuretano obtenida tiene las siguientes propiedades:

20

Resistencia	Alargamiento	Dureza Shore A	Peso específico
<u>kg/cm²</u>	<u>%</u>	<u></u>	<u>g/cm³</u>
3,1	32	29	0,72

Ejemplo 6

25 80 g de un polipropilenglicoléter, iniciado con trimetilolpropano, que ulteriormente se modificó con óxido etilénico (índice OH 36), 20 g de un polipropilenglicoléter iniciado con trimetilolpropano con un índice OH de 375, 1 g de aceite ricinólico, 4 g de pasta de zeolita T, 220 g de calcita y 30 0,35 g de la pirimidina del ejemplo 1 se mezclan y se hacen

reaccionar con 19,5 g de toluilendisocianato (mezcla de 65 partes de 2,4 - y 35 partes de 2,6-isómero) como en el ejemplo 1. La espuma de poliuretano obtenida tiene las siguientes propiedades:

5

Resistencia	Alargamiento	Dureza Shore A	Peso específico
<u>kg/cm²</u>	<u>%</u>	<u></u>	<u>g/cm³</u>
4,5	46	61	1,08

Ejemplo 7

10

En una mezcla de 90 g de un polietilenglicoléter lineal, modificado con óxido etilénico, con un índice OH de 28, 10 g de dipropilenglicol, 4 g de pasta de zeolita T, 0,35 g de la pirimidina del ejemplo 1, y 150 g de calcita se introduce bajo agitación intensamente aire durante el periodo de 30 minutos y a continuación, después de agregar 29,7 g del poliisocianato del ejemplo 1, se sigue elaborando la mezcla reactiva como en el ejemplo 1. El material espumado de poliuretano obtenido tiene las siguientes propiedades:

15

20

Resistencia	Alargamiento	Dureza Shore A	Peso específico
<u>kg/cm²</u>	<u>%</u>	<u></u>	<u>g/cm³</u>
9,3	46	54	0,63

Ejemplo 8

25

Una mezcla de 90 g del poliéter del ejemplo 7, 10 g de dipropilenglicol, 4 g de pasta de zeolita T, 0,5 g de la pirimidina del ejemplo 1, 1 g de ácido benzóico y 250 g de calcita se hace reaccionar con 31,2 g del poliisocianato mencionado en el ejemplo 1, análogo al ejemplo 1. El material espumado del poliuretano así obtenido tiene las siguientes propiedades:

30

Resistencia <u>kg/cm²</u>	Alargamiento <u>%</u>	Dureza Shore A <u></u>	Peso específico <u>g/cm³</u>
9,6	66	63	1,01

5

- N O T A -

10

15

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas, son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una Solicitud de Patente, presentada en Alemania, con fecha 16 de octubre de 1.973, bajo el número P 23 51 844.7, 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: PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE MATERIALES ESPUMADOS DE POLIURETANO; caracterizándose por lo siguiente:

20

25

30

- 1º.- Procedimiento para la obtención de materiales espumados de poliuretano, con un contenido en material de carga superior a un 50 % en peso, referido al poliuretano, de poliésteres con un peso molecular de 400 - 10.000, poliisocianatos y, en caso dado, polioles de bajo peso molecular, bajo empleo de activadores y agentes de propulsión, caracterizado porque
- a) poliéster, en caso dado en mezcla con polioles de bajo peso molecular, con un peso molecular de 50 - 400,
 - b) materiales de carga minerales,
 - c) agentes física o químicamente ligadores de agua,
 - d) activadores de la clase de las amidas monocíclicas o biocíclicas y

5 e) ácidos monocarboxílicos y/o compuestos orgánicos de bajo punto de ebullición, o bien disociadores de gases, así como en caso dado ulteriores agentes de propulsión, se mezclan entre sí, se hacen reaccionar con los poliisocianatos y la mezcla de reacción se solidifica mediante breve calentamiento a temperaturas elevadas.

10 2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como material de carga mineral se emplean 50 - 350 partes en peso, referido al poliuretano, de creta cristalina y/o barita.

3ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque como activadores se agregan amidinas monocíclicas en una cantidad de 0,1 - 5 partes en peso por 100 partes en peso de poliuretano.

15 4ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 - 3, caracterizado porque para ligar el agua arrastrada por el material de carga se emplea 1 - 10 partes en peso, referido al poliuretano, de un aluminosilicato sódico.

20 5ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 - 4, caracterizado porque en lugar o junto con los agentes propulsores bajo 1e) se introduce o bate aire u otro gas en la mezcla de 1a - d).

25 6ª.- Procedimiento para la obtención de materiales espumados de poliuretano, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 20 hojas, escritas a máquina por una sola cara.

Madrid - 6 NOV. 1971

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT

A. GOMEZ AGEDO Y CAÑAS
Firmados L. Guala Fernández