

436853

memoria descriptiva

Int. Cl. C08F

CLASE DE REGISTRO

Una Patente de Invención, por veinte años en España.

NOMBRE Y NACIONALIDAD DEL SOLICITANTE

The Upjohn Company.
- sociedad de EE.UU. -

RESIDENCIA Y DOMICILIO

Kalamazoo (Michigan) (EE.UU.)
301 Henrietta Street.

OBJETO

"Procedimiento para la conversión de espumas de poliuretano flexible de desecho".

INVENTORES

Sanjamin TUCKER y Henri ULRICH, ambos de EE.UU.

PRIORIDAD

Solicitud patente americana Nº 464.856 del 29 de abril de 1974.

POOR QUALITY

1 El presente invento se refiere a la conversión de
poliuretano de desecho en polioles útiles, que concierne -
más particularmente a un procedimiento para la conversión -
de espuma de poliuretano flexible de desecho, derivada de -
5 un poliéter polioliol, en polioles, que son utilizables de nuev
vo en la preparación de poliuretanos celulares.

La cantidad de espuma de poliuretano de desecho,
que se está generando como recortes, polvo y semejantes, en
las operaciones de corte de espuma, es un problema de preo-
10 cupación creciente. Su disposición en forma de desperdicio
sólido representa un problema de polución ambiental, ^{así} como -
uno económico. La recuperación y nueva utilización de dese-
cho de espuma de poliuretano rígido se ha hecho posible re-
cientemente por medio del procedimiento descrito en la pa-
15 tente de EE.UU. nº 3.738.946. Este último procedimiento comp
rende calentar la espuma de desecho con una mezcla de diol
alifático y una cantidad menor de dialcanolamina para produ-
cir una mezcla homogénea de polioliol, capaz de uso en su total
20 lidad como componente de polioliol en la producción de nueva es-
puma de poliuretano. Los intentos anteriores para resolver
el problema de la recuperación de espumas de desecho se dis-
cuten en algún detalle en la patente arriba citada y no se
revisarán aquí.

25 Desgraciadamente, el procedimiento de la arriba -
citada patenete, que es enteramente satisfactoria para espu-
mas rígidas, no puede aplicarse con éxito a la recuperación
de la clase principal de espumas flexibles, es decir, aque-
llas derivadas de un poliéter polioliol. Por tanto, el procedi-
30 miento de la patente arriba indicada, cuando se emplea con

1 desecho de espumas flexibles basadas en poliéter, da un pro-
ducto que se separa en dos capas, una de las cuales es polioliol
y la otra parece ser una poliamina. Esta última necesita ser
separada de la primera y no es útil en la preparación de ul-
5 teriores espumas de poliuretano, aunque tiene usos tales como
agente de cura para epóxidos y semejantes.

Sustancialmente el mismo resultado se informa en -
la patente de EE.UU. nº 3.632.530, que describe el tratamien-
to de espuma de poliuretano basada en poliéter flexible de -
10 desechos calentando en presencia de un glicol alifático y, -
opcionalmente, una amina terciaria. El producto se separa en
dos capas, una de las cuales es polioliol y la otra es, según -
se dice, poliamina. Esta última es separada y se demuestra
que es útil como una amina curativa para resinas epoxi y pa-
15 ra prepolímeros terminados con isocianato. Como es evidente
del ejemplo nuevo de la arriba citada patente, no hay tal -
problema con una espuma flexible basada en poliéter. Esta úl-
tima da lugar a un producto homogéneo que no muestra ninguna
tendencia a separarse en dos capas.

20 Desgraciadamente, sin embargo, la gran masa de las
espumas flexibles, corrientemente producidas en volumen co--
mercial, se derivan de poliéter polioliol y el desecho de ta-
les espumas hasta ahora no se ha convertido con éxito en un
25 producto homogéneo, que sea utilizable en su totalidad como
un componente de polioliol para la preparación de nueva espuma
de poliuretano.

Se ha encontrado que, contrariamente a la experien-
cia anteriormente informada, es posible, por cuidadosa selec-
30

1 ción de reactivos y proporciones de los mismos y condiciones
de reacción, el convertir espuma de poliuretano flexible, ba
sada en poliéter de desecho, en mezcla homogénea de polioles,
5 cuya mezcla no se separa en diferentes componentes, sino que
puede usarse en su totalidad como parte o todo del componen-
te de polioliol empleado en la preparación de nueva espuma de -
poliuretano.

El invento comprende un procedimiento para conver-
tir espuma de poliuretano flexible de desecho, que ha sido -
10 derivada de un poliéter polioliol en una mezcla homogénea de po-
lioles, cuyo procedimiento comprende calentar, a una tempera-
tura en el alcance de 180° C hasta 250° C, una mezcla de (a)
dicha espuma de poliuretano flexible de desecho en forma tri-
15 turada y (b) un diol alifático teniendo la fórmula de HO--A-
-OH, en que A se selecciona de la clase consistente en un ra-
dical de alquileo de 2 a 6 átomos de carbono inclusive y un
radical de alquileo de 2 a 5 átomos de carbono, en que su ca-
dena es interrumpida por un átomo de oxígeno, cuyos dos radi-
20 cales de alquileo llevan por lo menos un sustituyente de al-
quilo inferior sobre un átomo de carbono en su cadena, estan-
do presente dicho diol en una cantidad de peso, que no exce-
de del peso total de dicha espuma de desecho.

El invento también comprende el polioliol recuperado
de acuerdo con el procedimiento arriba indicado.

El polioliol recuperado es útil, bien sea solo o en -
mezcla con polioliol virgen, en la preparación de nueva espuma
de poliuretano, y más particularmente en la preparación de -
nueva espuma rígida de poliuretano.

1 El término "radical de alquileo de 2 a 6 átomos -
de carbono inclusive" significa $---(CH_2)_n---$, en que n es un
número entero de 2 a 6, tal como etileno, propileno, butile-
5 no, pentileno, exileno. El término "radical de alquileo de
2 a 6 átomos de carbono inclusive en que su cadena está inte-
rrumpida por un átomo de oxígeno" significa un radical de la
fórmula $---(CH_2)_x---O---(CH_2)_y---$, en que x e y son, cada -
uno, números enteros y en que la suma de X + y es un número
entero de 2 a 6.

10 El término "alquilo inferior" significa alquilo de
1 a 6 átomos de carbono inclusive, tal como metilo, etilo, -
propilo, butilo, pentilo, hexilo y sus formas isoméricas.

15 Resultará evidente de las definiciones dadas arri-
ba, que los dioles alifáticos, empleados en el procedimiento
del invento, son aquellos en que el grupo alquileo, que se-
para los dos grupos hidroxilo tiene que estar ramificado, es
decir, que hay presente un grupo de alquilo inferior como un
sustituyente sobre por lo menos uno de los átomos de carbono
20 de la cadena de alquileo. En adición a este sustituyente de
alquileo opcionalmente puede haber un átomo de oxígeno (es
decir, un enlace de éter) en la cadena de alquileo, que se-
para los dos grupos hidroxilo. Son ilustrativos de dioles -
alifáticos, que cumplen con los requisitos arriba indicados
25 1,2-propileno glicol, 1,2-butanodiol, 1,2-hexanodiol, di(1,2
propileno glicol) di(1,2-butileno glicol), 3-metilpentano- -
1,5-diol, 2,2-dimetil-1,3, propanodiol, 1,2-octanodiol y mez-
clas de dos o más de alguno de estos dioles.

30 Debe observarse que ciertos de los glicoles arriba

1 citados han sido sugeridos anteriormente como medios, en que
debe efectuarse la degradación de calor de espuma flexible de
desecho; véase la patente de EE.UU. nº 3.632.530. Sin embar-
go, los resultados informados en aquella patente con estos -
5 dioles y una serie de otros dioles íntimamente relacionados,
siempre muestra la producción de un producto, que se separa
en dos capas, una de las cuales constituye polioliol y la otra,
amina. Aunque se expone en términos generales como referencia,
que proporciones de espuma de desecho a glicol tan altas como
10 cantidades iguales de peso, pueden emplearse, los ejemplos -
presentes todos usan cantidades, de glicol, que están consi-
derablemente en exceso de peso, de la cantidad de espuma de
desecho.

15 En contraste, ahora se ha encontrado, en el caso de
ciertos glicoles solamente, es decir, de aquellos en que la -
cadena de alquileno, que separa los grupos hidroxilos está ra-
mificada, es posible obtener un resultado enteramente diferen-
te a aquél hasta ahora descrito a condición de que las propor-
ción de espuma de desecho, introducida en la mezcla con el -
20 glicol, se incremente marcadamente sobre la proporción hasta
ahora empleada en la técnica. Así, empleando un glicol, que -
cumpla con la definición arriba expuesta, y además aumentando
sustancialmente la proporción de espuma flexible de desecho,
25 basada en poliéter polioliol, a un mínimo de por lo menos una -
cantidad igual de peso, basada en glicol y preferentemente en
sustancial exceso de esta cantidad, se ha encontrado, muy sor-
prendentemente, que es posible convertir dicha espuma de de-
secho en una mezcla homogénea de polioliol, es decir, el pro-
ducto no muestra ninguna tendencia a separarse en dos ca- -
30

1 pas, como en el caso de la técnica anterior y no muestra nin
guna indicación de la presencia de amina en el mismo. Además,
el producto entero, en lugar de una proporción menor del mis
mo, puede usarse como componente de poliol o como parte del
5 mismo en la preparación de espuma virgen de poliuretano.

Como se apreciará por alguien experto en la técnica
este es un hallazgo altamente ventajoso y claramente inespe
rado, particularmente en vista de la busca concentrada que se
ha hecho por la industria de espuma de poliuretano en los -
10 últimos años para hallar una manera comercialmente factible
y económica para recuperar desecho de espuma flexible.

Al realizar el procedimiento del invento, la espuma
flexible de desecho es ventajosamente cortada o molida en par
tículas de tamaño relativamente pequeño con el fin de reducir
15 el volumen del desecho y ayudar a reducir el tiempo necesario
para que tenga lugar la reacción. La espuma de desecho y el
apropiado diol, arriba definido, entonces se reunen en una so
la operación, si se desea, y la mezcla resultante se calienta
a una temperatura en el alcance de alrededor de 180° C hasta
20 alrededor de 250° C, ventajosamente con agitación. Alternati
va y preferentemente, el diol es calentado a una temperatura
en el alcance arriba citado y la espuma de desecho triturada
es añadida a ello en incrementos, con agitación.

25 Como se ha expuesto arriba, las proporciones, en -
que espuma de desecho y el diol alifático se emplean en el pro
cedimiento del invento, son tales que la cantidad de espuma
de desecho por peso es por lo menos igual a la cantidad de -
peso de diol alifático. Preferentemente se emplea la espuma
30 de desecho en una proporción correspondiente desde alrededor

1 de 1, 5 veces hasta alrededor des veces la cantidad de peso -
de diol, que se está empleando.

Una vez que se ha completado la mezcla de espuma de
desecho y diol alifático, preferentemente con agitación, la -
5 mezcla se mantiene a una temperatura dentro del alcance arri-
ba indicado por lo menos hasta que toda la espuma de desecho
se haya disuelto y se haya obtenido una solución homogénea. -
El punto final de la reacción, es decir, el punto en que se -
ha completado degradación del desecho en un polioli útil, pue-
10 de detectarse por técnicas de rutina, por ejemplo, por análi-
sis espectroscópico infrarrojo y observando el régimen de cam-
bio de viscosidad. En general, el periodo de calentamiento ne-
cesario para recuperar la espuma de desecho como polioli, alcan-
15 zará desde alrededor de 2 horas hasta alrededor de 12 horas,
dependiendo de la naturaleza de la espuma de poliuretano de -
desecho y diol, que se estén empleando. El tiempo de reacción
más deseable para cualquier combinación particular de espuma
de desecho y diol puede determinarse por un procedimiento de
20 prueba y error.

Cuando la degradación de espuma de desecho es com-
pleta, según se determina por ensayos analíticos de rutina, -
tales como los arriba descritos, se enfría la mezcla o se de-
ja enfriar, a temperatura ambiente. Dependiendo del origen de
la espuma de desecho, puede ser necesario separar pequeñas -
25 cantidades de materias en partículas (por ejemplo, fibras, -
polvo que no sea de poliuretano, hoja laminada y semejantes)
del producto por filtración o técnicas semejantes. Sometido -
a la necesidad de tal tratamiento, el producto derivado arri-

1 ba citado está listo, sin modificación ulterior alguna, para
uso como componente de poliol en la preparación de nueva espu
ma de poliuretano.

5 El producto generalmente tiene un equivalente de pe
so de hidroxilo en el alcance de alrededor de 65 a alrededor
de 120 y, por lo tanto, se usa preferentemente en la prepara
ción de espumas rígidas de poliuretano o para cualquier otro
propósito, por ejemplo, como un componente menor en la prepa
10 ración de espumas de poliisocianurato, para lo que los polio
les, teniendo pesos equivalentes dentro de este alcance, se -
están utilizando normalmente. Si se desea, la mezcla de po -
liol obtenida por el procedimiento del invento puede mezclarse
se con poliol virgen antes de la conversión a poliuretano y -
espumas semejantes.

15 Alternativamente, el peso equivalente de hidroxilo
de la mezcla de poliol, obtenida por el procedimiento del in
vento, puede ser modificado, es decir, incrementado, si se de
sea, haciendo reaccionar el poliol recuperado con un óxido de
alquileo, tal como óxido de etileno, óxido de propileno y se
20 mejantes. La alcoxilación puede ser realizada por procedimien
tos bien reconocidos en la técnica opcionalmente en presencia
de un catalizador básico, tal como hidróxido potásico, hidró
xido sódico y semejantes.

25 También se ha encontrado sorprendentemente, que can
tidades sustanciales de espuma de desecho, derivada de poliur
etano semi-rígido (también algunas veces conocido como semi--
flexible) y/o rígido o espumas de poliisocianurato, pueden -
combinarse con espumas de desecho flexibles, basadas en polié
30 tér, en el procedimiento del invento sin perjudicar el resul

1 tado general, es decir, la producción de una mezcla homogénea
de polioles adecuados para el nuevo uso en la preparación de
poliuretano y espumas semejantes. Así se ha encontrado, que
5 cantidades de desecho de poliuretano o poliisocianurato en -
espuma semi-rígida y/o rígida hasta alrededor de 75% de peso,
basado en la espuma de desecho flexible basada en poliéter,
pueden incorporarse en la mezcla de reacción empleada en el
procedimiento del invento. Preferentemente, los varios tipos
de espuma de desecho se mezclan previamente antes de añadirse
10 al diol alifático, pero los diferentes tipos de espuma de de
secho pueden añadirse separadamente al diol alifático, si se
desea.

15 Cuando la espuma flexible es sometida al procedi-
miento del invento en combinación con desecho de otros tipos
de espuma, según se ha discutido arriba, es necesario que la
cantidad total de desecho sea tal que la proporción de espu-
ma total de desecho a diol alifático siempre esté dentro de
los límites arriba discutidos.

20 Es pertinente hacer observar que, cuando la espuma
flexible de desecho se someta al procedimiento del invento -
en combinación con cantidades sustanciales de desecho desde
las otras fuentes arriba descritas, tal espuma flexible de -
desecho puede estar presente en la mezcla de reacción en una
25 cantidad, que representa menos de una cantidad igual de peso,
en comparación con el diol alifático, presente en dicha mez-
cla de reacción. Sin embargo, a condición de que el peso to-
tal de tipos flexibles y otros de espuma de desecho, presen-
tes en la reacción, esté todavía a un nivel por lo menos -
30 igual de peso, respecto a la cantidad de diol alifático allí

1 presente, el resultado general deseado todavía se obtendrá,
es decir, que el producto de reacción será una mezcla homo-
gánea de polioli. Este hallazgo es claramente contrario al re-
sultado, que se conseguiría cuando la espuma flexible de de-
5 secho se emplease sola en la misma proporción de peso.

La viscosidad del producto de reacción obtenido de
acuerdo con el procedimiento del invento está ampliamente go-
bernada por el diol y espuma de desecho particulares utili-
zadas y por la proporción, en que se usen en el alcance arri-
10 ba expuesto. Ventajosamente, la viscosidad del producto de -
reacción esta dentro del alcance de alrededor de 300 centis-
tokes hasta alrededor de 4.500 centistokes medido a 25° C. -
Una viscosidad en este alcance puede alcanzarse fácilmente -
15 en el caso de cualquier iol y poliuretano de desechos parti-
culares por un proceso de prueba y error.

Mientras que pueden usarse en el procedimiento del
invento cualquier clase de dioles alifáticos de cadena rami-
ficada, que caigan dentro de las definiciones arriba dadas,
20 un diol particularmente preferido es 1,2-propileno glicol. -
Debe observarse a este respecto, que dioles alifáticos inti-
mamente relacionados, tales como etileno glicol, dietileno -
glicol y butano-1,4-diol, que difieren solamente de los di-
les empleados en el procedimiento del invento por la ausen-
25 cia de ramificación en la cadena de alquileo, no dan lugar
a una mezcla homogénea de polioles, cuando se emplean exacta-
mente en las mismas condiciones. Por lo tanto, los di-
fáticos de cadena recta, tales como los enumerados arriba, -
cuando se calientan con espuma de desecho flexible, basada -
30 en poliéster, a las temperaturas y en las proporciones corres

1 pondientes a aquellos empleados en el procedimiento del inven-
to, dan lugar a productos, que se separan en dos capas de di-
ferentes carácter, en contraste a las mezclas homogéneas obte-
nidas con el invento.

5 Como resultará obvio para alguien experto en la téc-
nica, el procedimiento del invento, si se desea, puede ejecu-
tarse en una base continua. Por ejemplo, la espuma de desecho
y el diol alifático pueden alimentarse en corrientes separadas
o después de mezcla previa, si se desea, a un reactor continuo
10 de tubo, en que los reactivos son agitados y sometidos a una
temperatura dentro del alcance arriba expuesto. El tiempo de
permanencia o tiempo de retención en el reactor se ajusta de
tal modo, que la conversión a poliol homogéneo se efectúe en
un solo paso a través del reactor. Alternativamente, la mez-
15 cla de reacción puede ser devuelta al ciclo continuamente a -
través del reactor, una cantidad de veces, hasta que el tiempo
total de permanencia en el reactor sea tal, que se cumpla la
conversión deseada. En un ulterior modo alternativo de opera-
ción, en una base continua, la etapa preliminar detriturar el
20 desecho de espuma puede omitirse, si la espuma de desecho pue-
de alimentarse a un reactor continuo, que esté provisto de me-
dios para triturar o pulverizar la espuma de desecho en con-
tacto con el diol alifático, preferentemente a una temperatu-
ra dentro del alcance arriba expuesto. Otros modos de opera-
25 ción en una base continua resultarán fácilmente evidentes pa-
ra alguien experto en la técnica.

Los siguientes ejemplos describen la manera y el -
procedimiento para hacer y utilizar el invento, y se expone -
30 el mejor modo contemplado por los inventores para poner en -

1 practica el invento, pero no deben estimarse como limitadores.

EJEMPLO 1

La espuma de desecho, empleada como material de par-
tida en el procedimiento descrito en este ejemplo, fue obte-
nida de una espuma flexible, que habia sido preparada usando
5 los siguientes reactivos en las proporciones (partes de peso)
abajo expuestas.

	Diisocianato de tolueno (80/20):	49 partes
10	Glicerol propoxilado (equivalente de peso = 1.000; - LG-56, Union Carbide):	100 partes
	Octoato estanoso:	0,22 parte
	N-etilmorfolina:	0,25 parte
	Trietilenodiamina:	0,3 parte
15	Surfactante (L = 520):	1,0 parte
	Agua:	4,0 partes

La espuma fue preparada mezclando íntimamente to-
dos los componentes, excepto el isocianato, y añadiendo des-
pués este último a la mezcla previa de los otros componentes
y sometiendo la mezcla resultante a agitación mecánica de al-
ta velocidad durante 10 segundos. La espuma resultante fue -
curada a 25° C durante 7 días.

Un lote (25 gr.) de desecho de la espuma arriba in-
dicada fue triturado en un molino de laboratorio Wiley y se
añadió en incrementos durante un período de 2 horas y 50 mi-
nutos a 25 gr. de 1,2-propileno glicol, mantenido a 200° C -
hasta 225° C con agitación. Después de haber completado la -
adición, la mezcla fue calentada con agitación durante otras
6 horas (aproximadamente) hasta que se obtuvo una solución -
30 homogénea clara. Se dejó enfriar el producto resultante a tem

1 temperatura ambiente (cerca de 20° C) y se encontró que permanecía
siendo un líquido homogéneo, incluso después de reposar
durante varias semanas. El producto (48 gr.) era castaño oscuro
y móvil y tenía una viscosidad de 407 centistokes a 20°
5 C y un equivalente de peso de hidroxilo de 81,5.

EJEMPLO 2

Un segundo lote de 40 gr. de desecho de la espuma flexible,
descrita en el ejemplo 1, se trituró y añadió en -
incrementos durante un período de 4 horas y 25 minutos, a 25
10 gr. de propileno glicol, mantenido a 200 hasta 234° C, con -
agitación. Cuando la adición fue completa, la mezcla se mantuvo
durante otras 6,5 horas dentro del mismo alcance de temperatura
con agitación. Al final de este tiempo, la mezcla se
15 dejó enfriar a temperatura ambiente (20° C) para producir -
60,6 gr. de un líquido móvil, homogéneo, de color castaño, -
que tubo una viscosidad de 607 centistokes a 20° C y un peso
equivalente de hidroxilo de 101.

EJEMPLO 3

20 Este ejemplo ilustra el resultado diferente obtenido usando un
glócol alifático distinto a aquellos requeridos por el procedimiento
del invento.

El experimento descrito en el ejemplo 2, fue repetido exactamente
como se ha descrito, pero el 1,2-propileno glicol fue reemplazado
25 por un peso igual de etileno glicol. El producto así obtenido se
separó en dos capas al dejarse enfriar a temperatura ambiente.

EJEMPLO 4

30 Este ejemplo demuestra el efecto de usar el diol -

1 alifático en una cantidad mayor que la cantidad de peso de -
espuma de desecho.

5 Un lote (23 gr) de desecho triturado de la espuma
flexible descrita en el ejemplo 1, fue añadido incrementalmen-
te durante un período de 1 hora, a 48,7 gr. de 1,2-propileno
glicol, mantenido a 200-230° C, con agitación. La mezcla re-
sultante fue mantenida a una temperatura dentro del alcance
arriba indicado durante otras 3 horas con agitación y enton-
ces se dejó enfriar a temperatura ambiente (cerca de 20° C).
10 Después de reposar a la última temperatura durante un perio-
do muy breve, el producto, inicialmente homogéneo se separó
en dos capas.

EJEMPLO 5

15 Otro lote (20 gr.) de desecho triturado de la espu-
ma flexible descrita en el ejemplo 1, se añadió incremental-
mente durante un periodo de 3 horas y 25 minutos, a 20 gr. -
de 1,2-butanodiol, mantenido a 20° hasta 223° C con agita- -
ción. Después de haberse completado la adición, la mezcla se
20 mantuvo a una temperatura en el alcance arriba indicado con
agitación durante otras 3,5 horas y después se dejó enfriar
a temperatura ambiente (20° C). El producto así obtenido -
(39 gr.) fue un líquido móvil de color castaño, que era homó-
geneo y no mostró ninguna tendencia a separarse en dos capas
25 al reposar. El producto tuvo una viscosidad de 396 centisto-
kes a 20° C y un peso equivalente de hidroxilo de 91.

EJEMPLO 6

30 Otro lote (20 gr.) de desecho triturado de la espu-
ma flexible, descrita en el ejemplo 1, se añadió incremental
mente durante un período de 2 horas, a 20 gr. de 3-metilpenta

1 no-1,5-diol mantenido a 200 hasta 228° C, con agitación. La
mezcla resultante se mantuvo a una temperatura en el alcance
arriba indicado durante otras 5 horas con agitación antes de
dejarse enfriar a temperatura ambiente (20° C). El líquido -
5 castaño resultante (39,2 gr.) no mostró ninguna tendencia a -
separarse en dos capas, incluso después de dejarle reposar -
durante varias semanas. El producto tuvo una viscosidad de -
2.018 centistokes a 20° C y un peso equivalente de hidroxilo
de 120.

10

EJEMPLO 7

15

El desecho empleado en este ejemplo fue tomado de
una espuma flexible comercialmente disponible basada en poli
éter (densidad 2 pcf) en la forma de material básico vendido
por la division CPR de la The upjohn Company como espuma fle
xible "CPR 9.700-2.0 WFR".

20

25

Una parte alicuota de 50 gr. de desecho de la espu
ma arriba indicada fue triturada y después añadida incremen--
talmente durante un periodo de 3 horas, a 25 gr. de 1,2-pro
pileno glicol, mantenido a 200 hasta 234° C con agitación. -
La mezcla resultante fue mantenida a una temperatura en el -
alcance arriba indicado durante un periodo de otras 5 horas -
con agitación y después se dejó enfriar a temperatura ambien
te (20° C). El líquido castaño resultante (70.5 gr.) fue ho
mogéneo y no mostró ninguna tendencia a separarse incluso al
reposar durante varias semanas. El producto tuvo una viscosi-
dad de 1.271 centistokes a 20° C y un peso equivalente de hi
droxilo de 98.5.

30

1

EJEMPLO 8

5

Se preparó una mezcla de 20 gr. de desecho triturado de espuma flexible de la espuma flexible comercialmente disponible descrita en el ejemplo 7 y 20 gr. de desecho triturado de una espuma semi-flexible preparada usando los siguientes reactivos en las proporciones (todas las partes de peso) que se exponen más abajo:

10

Polimetileno polifenil poliisocianato ¹ :	64.2 partes
Poliéster (trimetilolpropano propoxilado peso equivalente = 2.000):	100 partes
Poliol basado aromático ² :	10 partes
N.N',N"-tri (dimetilaminopropil)hexahidroxiacina (solución de 50% de peso en poliol basado aromático ²):	0,7 partes
Trietanolamina:	4 partes
Agua:	2 partes
Dibutil estaño dilaurato:	0,5 partes
Tricolorofluorometano:	10 partes

15

20

¹Conteniendo aproximadamente 68% de metilenobis (fenil isocianato) y teniendo el peso equivalente = 133.

²Mezcla de N,N-di(2-hidroxiopropil)anilina y poliol de base de Mannich derivado de nonilfenol, dietanolamina y formaldehído cubierto con óxido de propileno, peso equivalente = 104.5.

25

La espuma fue preparada mezclando cuidadosamente todos los componentes excepto el isocianato y añadiendo después este último a la mezcla previa de los otros componentes y sometiendo la mezcla resultante a agitación mecánica de alta velocidad durante 10 segundos. La espuma resultante fue curada a 25° C durante 7 días.

30

1 La mezcla de espuma de desecho fue añadida en incre-
mentos, con agitación, durante un periodo de 2 horas y 15 mi-
nutos, a 25 gr. de 1,2-propileno glicol, mantenido a 200 has-
ta 230° C. Cuando fue completa la adición de desecho, la mez-
5 cla fue mantenida a la temperatura arriba indicada, con agita-
ción, durante otras 5,5 horas y después se dejó enfriar a tem-
peratura ambiente (cerca de 20° C). Entonces se obtuvo así -
60,9 gr. de una mezcla homogénea móvil de polioles teniendo -
una viscosidad de 1.042 centistokes a 20° C y un peso equiva-
10 lente de hidroxilo de 91*

EJEMPLO 9

15 Se preparó una mezcla, mezclando por reunión, 40 gr
de espuma flexible de desecho triturada, procedente de la es-
puma flexible, comercialmente disponible, descrita en el ejem-
plo 7, y 20 gr. de desecho de una espuma de poliuretano rígi-
do, que se había preparado usando los siguientes reactivos en
las proporciones (todas partes de peso) abajo expuestas:

(1) Una mezcla de los siguientes polioles:

20 60 partes de una mezcla (peso equivalente = 151) de
(i) un poliol obtenido propoxilando una polimetileno polife--
nil poliamina, conteniendo aproximadamente 50% de peso de meti-
lenodianilina y (ii) un poliol de peso equivalente = 89, obte-
nido propoxilando glicerol:

25 30 partes de un aducto de ácido fosfórico y óxido -
de propileno, teniendo un peso equivalente de 148;

10 partes de trimetilolpropano.

(2) 2 partes de surfactante de organosilicona (L- -
5.410)

30

1

(3) 0,4 partes de agua

(4) 0,6 partes de tetrametilguanidina

(5) 0,4 parte de N,N,N',N'-tetrametilbutanodiamina

(6) 33 partes de tricolorofluorometano

5

(7) 140 partes de polimetileno polifenil poliisocianato de peso equivalente de 134.

Los ingredientes (1) hasta (6) fueron mezclados por mezclado mecánico y el poliisocianato (7) fue añadido a la mezcla.

10

La mezcla resultante fue sometida a agitación mecánica de alta velocidad durante 10 segundos y después se dejó que espumase libremente. La espuma, así obtenida, después de haber sido curada durante 7 días a cerca de 15° C, se encontró que tenía una densidad de 203 pcf y una resistencia compresiva de 48.5 libras por pulgada curadrada en paralelo para elevarse y 17.3 libras por pulgada cuadrada perpendiculares para elevarse.

15

La mezcla de espumas de desecho fue añadida en incrementos, con agitación, durante un período de 3 horas a 25 gr. de propileno glicol mantenido a 200° C hasta 228° C, con agitación. Después de estar completa la adición, la mezcla se mantuvo durante otras 5 horas y 15 minutos a la misma temperatura con agitación y después se dejó enfriar a temperatura ambiente (cerca de 20° C). Así se obtuvo 80.5 gr. de una mezcla móvil, homogénea de poliols teniendo una viscosidad de 4.214 centistokes a 20° C y un peso equivalente de hidroxilo de 92.5.

20

25

30

1

EJEMPLO 10

5

10

15

Un total de 3.000 gr. de desecho de la espuma flexible comercialmente disponible descrita en el ejemplo 7 fue triturada y añadida en incrementos durante un periodo de 5 horas, a 1.500 gr. de 1,2-propileno glicol mantenido a 180 hasta 195° C con agitación en un reactor de 18 litros. Cuando la adición fue completa, la mezcla se mantuvo dentro del mismo alcance de temperatura, con agitación, durante 1 hora adicional. Después de ello una cantidad adicional de 865 gr. de 1,2-propileno glicol se añadió y la mezcla fue calentada durante un periodo adicional de 2 horas a 190° C, con agitación. El producto resultante se dejó enfriar a temperatura ambiente (cerca de 20° C). Así se obtuvieron 4.832 gr. de una mezcla móvil, homogénea de polioles teniendo un peso equivalente de hidroxilo de 68.

20

Una espuma rígida fue preparada mezclando 50 partes de peso de la mezcla de polioles obtenida, según se ha descrito arriba, con 50 partes de peso de un polirol de peso equivalente 151, que, a su vez, era una mezcla de: (i) un polirol, obtenido propoxilando una polim tileno polifenil poliamina, conteniendo aproximadamente 50% de peso de metilenodiamilina y (ii) un polirol de peso equivalente 89, obtenido propoxilando glicerol.

25

30

La mezcla de polirol, así obtenida, fue mezclada con 2 partes de peso de trietilenodiamina, 2 partes de peso de surfactante de organosilicona y 42 partes de peso de triclorofluorometano y a la mezcla resultante se añadieron 175 partes de polimetileno polifenil poliisocianato (peso equivalente 133). La mezcla así obtenida fue sometida a agitación

1 mecánica de alta velocidad durante 10 segundos y después se -
dejó espumar libremente. La espuma, que resultó, fue curada -
durante 3 días a 20° C y se encontró que tenía las siguientes
propiedades:

5 Densidad: 1.96 pcf.
Resistencia compresiva per-
pendicular a la subida: 18.1 libras por pulgada cuadra
da.

- N O T A -
=====

10 La presente patente de invención comprende las si-
guientes reivindicaciones:

1.- Procedimiento para la conversión de espuma de -
poliuretano flexible de desecho, cuya espuma había sido deri-
vada de un poliéter poliol, en una mezcla homogénea de polio-
15 les, caracterizado porque el procedimiento comprende el calen-
tamiento, a una temperatura en el alcance de 180° C hasta -
250° C, de una mezcla de (a) dicha espuma flexible de desecho
y (b) un diol alifático teniendo la fórmula de HO---A---OH, -
20 en que A está seleccionado de la clase consistente en un radi-
cal de alquileo de 2 a 6 átomos de carbono y un radical de -
alquileo de 2 a 6 átomos de carbono, en que su cadena está -
interrumpida por un átomo de oxígeno, llevando ambos radica-
les de alquileo por lo menos un sustituyente de alquilo infe-
25 rior sobre un átomo de carbono en su cadena, estando presente
dicho diol en una cantidad de peso, que no exceda del peso to-
tal de la espuma de desecho.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, carac-

1 terizado porque dicha espuma flexible de desecho se emplea -
en una cantidad de peso correspondiente desde alrededor de 1
hasta alrededor de 2 veces la cantidad de peso de dicho diol
alifático.

5 3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracte-
terizado porque el diol alifático es 1,2-propileno glicol.

4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracte-
terizado porque el diol alifático es 1,2-butanodiol.

10 5.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracte-
terizado porque el diol alifático es 3-metilpentano-1,5-diol.

15 6.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracte-
terizado porque dicha espuma flexible de desecho se utiliza
en combinación con desecho procedente de espuma seleccionada
de la clase consistente en espuma de poliuretano semi-rígida
espuma de poliuretano rígida y espuma de poliisocianurato rí-
gida.

7.- Procedimiento para la conversión de espuma de -
poliuretano flexible de desecho.

20 Según se describe y reivindica en la presente memo-
ria descriptiva.

Consta la presente memoria de veintiuna hojas folia-
das y escritas a máquina por una sola de sus caras.

MADRID CARLOS ROER 22 ABR 1975
P. F.

25

Fdo.: Pedro Matamorán

30