

440,367

PATENTE DE INVENCION

Ref: Le A 15 924-Sp.

Int. Cl.: D06N

Memoria Descriptiva

sobre:

Procedimiento para recubrir el dorso de revestimientos para pisos con mezclas espumables reactivas.

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

El objeto de la invención es un procedimiento para el recubrimiento de alfombras con espumas de poliuretano, mediante el cual se logra una fijación especialmente buena de los mechones de pelo y una ligadura mejorada de los filamentos de los textiles. Ya

5

se conoce el dotar los revestimientos textiles de los pisos con una capa dorsal de firme adhesión de espumas de poliuretano aplicando sobre el dorso del textil una mezcla líquida reactiva de componentes formadores de poliuretano. Este estado de la técnica se describe, por ejemplo, en las publicaciones alemanas DOS 2 208 995 y 1 926 285. La publicación alemana DOS 2 262 742 se refiere asimismo a la obtención de revestimientos para pisos con dorso de espuma adherido. Según el procedimiento de esta publicación alemana se aplica una mezcla espumable, líquida, reactiva, de poliisocianatos y polioles sobre el dorso del recubrimiento de pisos textil, de manera que se forme un delgado revestimiento de una espuma de poliuretano flexible, aún antes de su solidificación se aplica una segunda capa de una espuma de poliuretano flexible previamente fabricada, después de lo cual ambas capas se unen entre sí.

Estos procedimientos, hasta ahora conocidos, tienen sin embargo desventajas decisivas de procedimiento, y los productos así obtenidos no son de calidad suficiente; especialmente es insuficiente la sujeción de los mechones de pelo y de los filamentos del revestimiento de pisos textil cuando se aplican los recubrimientos espumados. Además, el usuario señala una "rigidez" defectuosa del producto.

Resultaba por lo tanto evidente bien solidificar previamente, primero el sustrato textil con una capa previa, que de por sí tuviese alta resistencia, y una vez efectuada la solidificación previa, en un segundo proceso de trabajo, aplicar la capa de espuma reactiva o bien unir una capa de espuma previamente preparada mediante una gruesa capa de adhesivo, que produjera también la solidificación de los mechones

nes de pelo, con el revestimiento textil del piso. Un proceso de estos es, sin embargo, complicado y costoso ya que se han de emplear distintos componentes de partida y porque se precisan de etapas de procedimiento adicionales.

5 Una desventaja especial del procedimiento según la publicación alemana DOS 2 262.742 consiste en que la capa de adhesivo, debido a su estructura en forma de espuma, tiene solo reducida resistencia y por lo tanto la adhesión de las fibras textiles es a veces tan insuficiente como cuando el revestimiento espumado se produce directamente sobre el dorso del textil.

10 Se ha descubierto, sorprendentemente, que con ayuda de los componentes de partida, en si conocidos, para el recubrimiento del dorso de alfombras con poliuretanos, se puede lograr una fijación mejorada de las fibras textiles, una mayor rigidez de la alfombra bajo mantenimiento simultaneo de la flexibilidad del recubrimiento básico, y con ello una mejora en las propiedades de uso, si primeramente sobre la alfombra se aplica una capa previa que se compone de una mezcla reactiva de un polioliol y de un gran exceso de poliisocianato y, aún antes de solidificar esta capa previa, se aplica una capa principal, espumable, de cantidades equivalentes de polioliol y poliisocianatos y, a continuación, el material se endurece en una zona de calentamiento. El objeto de la presente invención es, por lo tanto, un procedimiento para el recubrimiento del dorso de revestimientos para pisos con mezclas espumables reactivas, en caso dado previamente espumadas, de uno o de varios polioliol, uno o varios isocianatos orgánicos di- o polifuncionales y, en caso dado, materiales de carga, agentes de propulsión, activadores, estabi-

15

20

25

30

5 lizadores y pigmentos de color, caracterizado porque en una primera etapa del procedimiento se aplica una mezcla reactiva espumable de poliols y poliisocianatos, como capa previa, directamente sobre el dorso del sustrato a tratar, manteniéndose una proporción de equivalencia entre NCO y OH entre 1,5 y 3,5, preferentemente 2,0 a 3,0, y, en una segunda etapa, sobre la capa previa, que aun contiene grupos NCO libres y no, o solo poco espumada, sin terminar de reacción, directamente por recubrimiento de inversión se aplica una segunda
10 capa espumable, en caso dado previamente espumada, reactiva, de poliols y poliisocianatos, como capa principal, siendo la proporción entre NCO y OH entre 0,95 y 1,25, preferentemente entre 1,05 y 1,15, y a continuación se deja endurecer el material compuesto.

15 El procedimiento de la presente invención se realiza ventajosamente empleando, tanto para la capa principal como también para la capa previa, el mismo componente poliols que, en caso dado, también puede contener materiales de carga, activadores, estabilizadores y pigmentos de color y también el mismo isocianato como mínimo difuncional, orgánico.
20 De esta manera se logra, en forma industrialmente muy sencilla y económica, empleando los mismos productos de partida y compuestos, una multiplicación de la ligadura de los mechones de pelo, de la rigidez y de la solidificación de los filamentos, sin influenciar por ello negativamente la blandura y la elasticidad de reposición de la capa principal.

25 Como componente poliols, para la capa previa y la capa principal, se emplean, en forma conocida, preferentemente, poliésteres con un peso molecular entre 400 y 4.000, en caso dado en mezcla con poliols de bajo peso molecular y ba
30

jo adición de activadores y agentes de propulsión. A los poli-
lioles se les pueden agregar también materiales de carga mi-
nerales, estabilizadores de la espuma, agentes protectores
contra el envejecimiento y agentes auxiliares similares,
5 usuales en la química de los poliuretanos. Los poliésteres
que entran en consideración según la presente invención se
obtienen, por ejemplo, por polimerización de tetrahidrofura-
no o epóxidos, tales como óxido etilénico, óxido propilénico,
10 óxido butilénico, óxido estireníco o epíclorohidrina con
sigo mismo, por ejemplo, en presencia de BF_3 o mediante adic-
ción de estos epóxidos, en caso dado en mezcla o consecuti-
vamente, con componentes de iniciación con átomos de hidrógeno
reactivos, tales como alcoholes o aminas, por ejemplo, agua,
etilenglicol, propilenglicol-(1,3) ó -(1,2), trimetilolpro-
15 pano, 4,4'-dihidroxidifenilpropano, anilina, amoniaco, eta-
nolamina, etilendiamina. Según la presente invención tam-
bién entran en consideración los poliésteres de sucrosa, tal
y como se describen, por ejemplo, en las publicaciones ale-
manas DAS 1.176.358 y 1.064.938. Frecuentemente se da pre-
20 ferencia a aquellos poliésteres que muestran principalmente
(hasta un 90 % en peso referido a todos los grupos OH existen-
tes en el poliéster) grupos OH primarios. También se pueden
emplear los poliésteres modificados por polímeros de vinilo,
tal y como se obtienen, por ejemplo, por polimerización de
25 estireno, acrilnitrilo en presencia de poliésteres (patentes
US 3.383.351, 3.304.273, 3.523.093, 3.110.695, patente
alemana 1.151.536), así como los polibutadienos que llevan
grupos OH.

En caso dado se pueden emplear, además de los po-
30 liésteres, en el procedimiento de la presente invención simul

taneamente también 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), neopentil glicol, 1,4-bis-hidroximetilciclohexano, 2-metil-1,3-propan-diol, glicerina, trimetilolpropano, hexantriol-(1,2,6), butan triol-(1,2,4), trimetiloetano, pentaeritrita, quinita, mani-ta y sorbita, glicósido metílico, además, dietilenglicol, tri etilenglicol, tetraetilenglicol, polietilenglicoles, diprópi-lenglicol, polipropilenglicoles, dibutilenglicol y polibuti-lenglicoles.

En lugar de poliésteres se pueden emplear según la presente invención, en cada caso proporcionalmente, poliésteres, polioésteres, poliacetales, policarbonatos y poliester amidas del peso molecular 400 a 10.000, preferentemente 1.000 a 6.000, tal y como se conocen para la obtención de poliuretanos homogéneos y celulares.

Los poliésteres conteniendo grupos hidroxilo, que entran en consideración, son, por ejemplo, los productos de reacción de alcoholes polivalentes, preferentemente divalentes y, en caso dado, adicionalmente trivalentes, con ácidos carboxílicos polivalentes, preferentemente bivalentes. Para la obtención de los poliésteres se pueden emplear, en lugar de los ácidos policarboxílicos libres, también los correspondientes anhídridos de ácidos policarboxílicos o los correspondientes ésteres de ácidos policarboxílicos de alcoholes inferiores o sus mezclas. Los ácidos policarboxílicos pueden ser de naturaleza alifática, cicloalifática, aromática y/o heterocíclica y, en caso dado, estar sustituidos, por ejemplo por átomos de halógeno y/o estar insaturados. Como ejemplos

de ellos sean mencionados: ácido succínico, ácido adípico, ácido subérico, ácido azeláico, ácido sebácico, ácido ftálico, ácido isoftálico, ácido trimelítico, anhídrido ftálico, anhídrido tetrahidroftálico, anhídrido hexahidroftálico, anhídrido endometilentetrahidroftálico, anhídrido glutárico, ácido maléico, anhídrido maléico, ácido fumárico, ácidos grasos dímeros y trímeros, tales como ácido oléico, en caso dado en mezcla con ácidos grasos monómeros, tereftáto de dimetilo, tereftalato de bis-glicol. Como alcoholes polivalentes entran en consideración, por ejemplo, etilenglicol, propilenglicol-(1,2) y -(1,3), butilenglicol-(1,4) y -(2,3), hexandiol-(1,6), octandiol-(1,8), neopentilglicol, ciclohexandimetanol (1,4-bis-hidroximetilciclohexano), 2-metil-1,3-propan-diol, glicerina, trimetilolpropano, hexantriol-(1,2,6), butantriol-(1,2,4), trimetiloetano, pentaeritrita, quinina, manita y sorbita, glicósido metílico, además, dietilenglicol, trietilenglicol, tetraetilenglicol, polietilenglicoles, dipropilenglicol, polipropilenglicoles, dibutilenglicol, y polibutilenglicoles. Los poliésteres pueden mostrar proporcionalmente grupos carboxilo en posición final. También pueden ser utilizados los poliésteres de las lactonas, por ejemplo, ϵ -caprolactona o ácidos hidroxicarboxílicos, por ejemplo, ácido ω -hidroxicaproico.

De entre los poliésteres sean mencionados especialmente los productos de condensación de tiodiglicol consigo mismo y/o con otros glicoles, ácidos dicarboxílicos, formaldehído, ácidos aminocarboxílicos o aminoalcoholes. Según los co-componentes se trata en los productos de politioésteres mixtos, ésteres de politioéster, ésteramidas de politioéster.

Como poliacetales entran en consideración, por ejem

pló, los compuestos que se pueden obtener de glicoles, tales como dietilenglicol, trietilenglicol, 4,4'-dioxetoxi-difenilmetilmetano, hexandiol y formaldehído. También por polimerización de acetales cíclicos se pueden obtener poliacetales adecuados según la presente invención.

Como polícarbonatos que llevan grupos hidroxilo entran en consideración aquellos de clase en sí conocida, que se pueden obtener, por ejemplo, por reacción de dioles, tales como propandiol-(1,2), butandiol-(1,4) y/o hexandiol-(1,6), dietilenglicol, trietilenglicol, tetraetilenglicol, con carbonatos diarílicos, por ejemplo, carbonato difenílico o fosgeno.

Entre las poliésteramidas y poliamidas se cuentan, por ejemplo, las obtenidas de ácidos carboxílicos, polivalentes, saturados e insaturados, o bien de sus anhídridos y aminoalcoholes, diaminas, poliaminas, polivalentes, saturados e insaturados, y de sus mezclas, principalmente los condensados lineales.

También se pueden emplear según la presente invención los compuestos polihidroxílicos que ya contienen grupos uretano o úreas, así como los polioles naturales, en caso dado modificados, tales como aceite de ricino, carbohidratos, féculas. Asimismo se pueden utilizar los productos de adición de óxidos alquilénicos con resinas de fenol-formaldehído o también con resinas de úrea-formaldehído.

Representantes de estos compuestos, a emplear según la presente invención, se describen, por ejemplo en High Polymers, Vol. XVI "Polyurethanes, Chemistry and Technology", editado por Saunders-Fräsck, Interscience Publishers, New York, London, tomo I, 1.962, páginas 32-42 y páginas 44-54 y tomo II, 1.964, páginas 5-6 y 198 a 199, así como en Kunststoff -

Handbuch, tomo VII, Vieweg-Höschten, Carl-Hanser-Verlag, München, 1.966, por ejemplo, en las páginas 45 a 71.

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-toluiden
5 diisocianato, así como las mezclas arbitrarias de estos isómeros, difenilmetan-2,4'- y/o -4,4'-diisocianato, naftilen-1,5-
-diisocianato, trifenilmetan-4,4',4"-trisisocianato, polifenil-
-polimetilen-poliisocianatos, tal y como se obtienen por con-
10 densación de anilina-formaldehído y ulterior fosgenación y se describen, por ejemplo, en las patentes británicas 874.430 y 848.671, arilpoliisocianatos perclorados, tal y como se describen, por ejemplo, en la publicación alemana DAS 1.157.601, poliisocianatos conteniendo grupos carbodimida, tal y como
15 se describe en la patente alemana 1.092.007, los diisocianatos, tal y como se describen en la patente US 3.492.330, los poliisocianatos que llevan grupos alofanato, tal y como se describe en la patente británica 994.890, en la patente belga 761.626 y en la solicitud de patente holandesa publicada
20 7.101.524, 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 DAS 1.929.034 y 2.004.048, los poliisocianatos que llevan grupo uretano, tal y como se describen,
25 por ejemplo, en la patente belga 752.261 o en la patente US 3.394.164, los poliisocianatos que llevan grupos urea acilados, según la patente alemana 1.230.778, los poliisocianatos que llevan grupos hiuret, tal y como se describen en la patente alemana 1.101.394, así como en la patente británica
30 889.050 y en la patente francesa 7.017.514, los poliisociana

tos obtenidos por reacciones de telomerización, tal y como se describen, por ejemplo, en la patente belga 723.640, los poliisocianatos que llevan grupos éster, tal y como se describen, por ejemplo, en las patentes británicas 965.474, y 1.072.956, en la patente US 3.567.763 y en la patente alemana 1.231.688, los productos de reacción de los isocianatos arriba mencionados con acetales según la patente alemana 1.072.385,

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

Con especial preferencia se emplean, por regla general los poliisocianatos industrialmente de fácil obtención, por ejemplo, el 2,4- y 2,6-toluilendiisocianato, así como las mezclas arbitrarias de estos isómeros ("TDI"), polifenil-poliimétilen-poliisocianatos, tal y como se obtienen por condensación de anilina-formaldehído y ulterior fosgenación ("MDI en bruto"), y los poliisocianatos que contienen grupos carbodiimida, grupos uretano, grupos alofanato, grupos isocianurato, grupos úrea o grupos biuret ("poliisocianatos modificados").

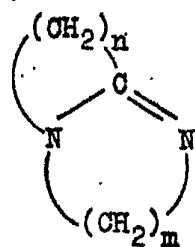
Según la presente invención, como agente de propulsión se emplea agua y/o sustancias orgánicas fácilmente volátiles. Como agentes de propulsión orgánicos entran en consideración por ejemplo, acetona, acetato de etilo, alcanos halógeno-sustituídos tales como cloruro metilénico, cloroformo, cloruro etilidénico, cloruro vinilidénico, monofluortriclorometano, clorodifluormetano, diclorodifluormetano, además bu-

5 tano, hexano, heptano o dietiléter. Un efecto propulsor se puede lograr también mediante adición de compuestos que se descompongan a temperaturas superiores a la temperatura ambiente bajo disociación de gases, por ejemplo, de nitrógeno, tales como compuestos azóicos tales como azoisobutironitrilo. Otros ejemplos de agente de propulsión, así como detalles sobre el empleo de los agentes de propulsión se describen en el Kunststoff-Handbuch, tomo VII, editado por Vieweg y Hochtlen, Carl-Hanser-Verlag, Munich 1.966, por ejemplo, en las páginas 108 y 109, 453, 455 y 507 a 510.

10 Según la presente invención se emplean frecuentemente catalizadores. Como catalizadores a emplear simultáneamente entran en consideración aquellos de clase conocida, por ejemplo, aminas terciarias, tales como trietilamina, tri-
15 butilamina, N-metil-morfolina, N-etil-morfolina, N-coccomorfolina, N,N,N',N'-tetrametil-etilendiamina, 1,4-diaza-biciclo-(2,2,2)-octano, N-metil-N'-dimetilaminoetil-piperazina, N,N-dimetilbencilamina, bis-(N,N-dietilaminoetil)-adipato, N,N-dietilbencilamina, pentametildietilentriamina, N,N-dime-
20 tilciclohexilamina, N,N,N',N'-tetrametil-1,3-butandiamina, N,N-dimetil- β -feniletilamina, 1,2-dimetilimidazol, 2-metilimidazol.

25 También son adecuados los quelatos de metal, las amidinas bicyclicas, pero también las amidinas monocíclicas, especialmente en combinación con ácidos mono- o dicarboxílicos.

Amidinas bicyclicas adecuadas son, por ejemplo, los compuestos de fórmula general

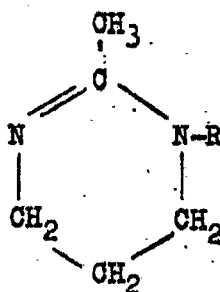


5

donde $m = 2 \text{ ó } 3$ y $n = 3, 4 \text{ ó } 5$.

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

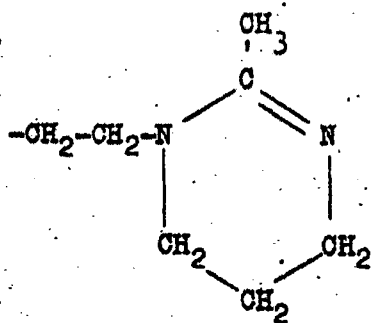
10



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, etoxi o un resto de fórmula

20



25

30

Además, en el procedimiento de la presente invención se pue-

den emplear también ulteriores catalizadores. Ejemplos, así como detalles sobre el modo de actuación de los catalizadores se describen en Kunststoff-Handbuch, tomo VII editado por Vieweh und Höchtlen, Carl-Hanser-Verlag, München 1966, por ejemplo en las páginas 96 a 102.

Es ventajoso, pero no imprescindible, emplear simultáneamente en el procedimiento de la presente invención aditivos tensioactivos, tales como emulsionantes y estabilizadores de la espuma, tal y como se conocen bien para la obtención de poliuretanos espumados. Los estabilizadores que contienen silicona son especialmente deseables cuando la mezcla capaz de reacción se espuma previamente mediante batido con agua (procedimiento de batido de espuma) antes de o durante la iniciación de la reacción química. Un estabilizador de silicona adecuado para tales compuestos mecánicamente batidos previamente es, por ejemplo, la Silicon Surfactant I 5612, que se fabrica por Unión Carbide Company.

Para el procedimiento de la presente invención se pueden emplear también materiales de carga que contengan políoles. Como tales materiales de carga se pueden emplear, ante todo, los materiales de origen natural, tales como creta, caolina o barita, en forma dinamente dispersa, pero también se pueden emplear hidratos de óxido de aluminio por sí solos, en caso dado también en mezcla con otros materiales de carga y aditivos inhibidores de la inflamación.

Los componentes de reacción se hacen reaccionar, en forma en sí conocida, según el procedimiento de una sola etapa o según el procedimiento de prepolímero, o también según el procedimiento de semi-prepolímero, empleándose instalaciones de maquinaria tal y como se describen por ejemplo en

Kunststoff Handbuch, tomo 7, editado por Vieweg und Höchtlen, Carl-Hanser-Verlag, München 1966 en las páginas 121 - 205.

5 Las mezclas reactivas, preparadas para la capa previa y para la capa principal en dispositivos mezcladores independientes, se pueden aplicar sobre el recubrimiento de piso a recubrir en forma conocida por pulverización o aplicación con rasqueta una detrás de la otra. Para lograr una superficie especialmente lisa del recubrimiento es sin embargo ventajoso aplicar la capa previa directamente en cantidades entre 50 y 500 g/m², preferentemente entre 150 y 250 g/m² sobre el sustrato a recubrir, mientras la mezcla líquida espumable o previamente espumada de la capa principal se aplica sobre una base aprestada en forma separable y esta capa se combina a ser posible en estado fresco, con el recubrimiento del piso previamente recubierto "húmedo sobre húmedo" (vease la ilustración). La proporción entre NCO y HO en la mezcla de reacción para la capa principal se deberá seleccionar considerablemente inferior que para la capa previa, ya que con un exceso de NCO alto en la capa principal resulta el recubrimiento en total demasiado duro, demasiado poco flexible y con ello frágil. No es ventajoso dejar reaccionar totalmente una de las dos capas reactivas antes de su reunión, ya que de esta manera la unión de las dos capas pierde adherencia. Las capas reactivas unidas "húmedo sobre húmedo" se hacen reaccionar generalmente por calentamiento y terminada la reacción de la capa principal se sueltan, en caso dado, del soporte de separación.

15
20
25
30 Los tiempos de solidificación de las mezclas de reacción para la capa previa y la capa principal dependen de la clase y cantidad del catalizador, así como de la tempera-

tura de calentamiento final, por lo general se ajusta una temperatura de calentamiento de 100^oC y se selecciona la cantidad de catalizador de manera que la solidificación de la capa principal se encuentre entre 1 y 5 minutos. Para la solidificación total de la capa previa a temperatura ambiente se precisa, debido al gran exceso en NCO, de humedad del aire, lo que naturalmente implica un tiempo de reacción mas largo. El tiempo de desmoldeamiento del recubrimiento de los pisos, así recubiertos, no es sin embargo influenciado por esto.

En lugar del soporte aprestado en forma separable se pueden emplear también "segundos fondos". Estos se mantienen terminada la reacción unidos con la alfombra terminada y aumentan así su resistencia. Como tales "segundos fondos" se emplean en la práctica tejidos baratos o telas de vellón de fibras naturales o sintéticas.

El procedimiento según la presente invención para el recubrimiento de revestimientos de pisos, es especialmente adecuado para el aprestado de revestimientos de pisos textiles de mechones de pelos, tejidos y tricotados pero también de afieltrados, no estando sin embargo limitado a estos y se puede emplear asimismo, por ejemplo, para el recubrimiento de estereras de materiales vegetales y otras estructuras laminares.

Las indicaciones numerales en los ejemplos se entienden, si no se indica otra cosa, como partes en peso o bien porcientos en peso.

Ejemplo 1

Una mezcla de poliisocianato activada se preparó mediante mezcla de los siguientes componentes:

90 partes de un polipropilenglicoléter trifuncional con agrupaciones hidroxietilo en posición final (índice OH 32).

10 partes de dipropilenglicol (industrialmente puro, índice OH 750

2 partes de ácido oléico (industrialmente puro)

0,5 partes de 1,5-diazabicyclo-(4,3,0)noneno-5

5 0,3 partes de agua

Esta mezcla de poliol muestra - teniendo en consideración el índice de acidez y el contenido en agua - el índice OH calculado de 123. En 100 partes de esta mezcla de poliol se introducen y agitan 100 partes de creta seca, pulverizada y se obtiene así un "compuesto A" con un índice OH de 61,5, tal y como corresponde al actual estado de la técnica.

10

1 A) Procedimiento tradicional (Ensayo comparativo)

15

100 partes de compuesto A se mezclan con 16,9 partes (115 % de la cantidad equivalente) de un 4,4'-disocianatodifenilmetano en bruto (contenido en NCO = 31,5 %; viscosidad a 25°C = 80 cP). Esta mezcla reactiva, espumable, se extiende sobre una placa previamente tratada con un agente separador "soporte de separación" en una cantidad de 1200 g/m². En la mezcla fresca se colocó rápidamente el dorso de una alfombra de mechones de pelo y el material se endureció entonces durante 5 minutos en un armario calentador a 110°C. Después de separar el soporte de separación estaba la alfombra cubierta de una espuma igualada del peso específico en bruto 0,37 g/cm³. Después de almacenar durante 24 horas a temperatura ambiente se comprobaron las propiedades (Tabla 1, columna 1A).

20

25

1 B) Procedimiento según la presente invención

150 g del compuesto A se mezclan con 51 g (230 % de la cantidad equivalente) del 4,4'-disocianatodifenilmetano

30

5 en bruto de 1 A y esta masa se extiende igualmente mediante un rodillo sobre 1 m² del dorso de una alfombra de mechones de pelo. La alfombra, así tratada, se colocó "húmedo sobre húmedo" en una mezcla de recubrimiento fresca correspondiente a 1 A), pero empleándose - para equilibrar el peso superficial de la capa previa - solo 1000 g/m². Después se procedió como en 1 A). Los valores de ensayo se indican en la tabla 1/columna 1B.

10 1 C) Ensayo comparativo

Se aplicó una cantidad parcial (200 g/m²) de la mezcla reactiva del ensayo 1A) sobre la alfombra y la alfombra así tratada previamente se colocó "húmedo sobre húmedo" en la cantidad restante (capa principal) de la mezcla de recubrimiento. Se continuó después como en 1 A). Los valores de ensayo figuran en la tabla 1/columna 1C.

15 1 D) Procedimiento según la presente invención

20 Se procedió como en el ejemplo 1 B) pero la capa previa se dejó "reaccionar previamente" sobre la alfombra durante 1 hora a temperatura ambiente. La capa previa era, después de este tiempo, claramente más viscosa y muy pegajosa, (estiraba hilos). Después de la unión con la capa principal se endureció durante 5 minutos a 110°C y se comprobó después de 24 horas. Los valores se aprecian en la tabla 1, columna 1 D.

25 1 E) Procedimiento según la presente invención

Se trabajó como en 1 D) pero el almacenamiento intermedio de la capa previa se sustituyó por un breve calentamiento bajo un irradiador de calor. Los valores medidos figuran en la tabla 1, columna 1 E.

1 F) Procedimiento según la presente invención

300 g/m² de "capa previa" de 100 partes de compuesto A y 26,5 partes (unos 180 % de la cantidad equivalente) de 4,4'-difenilmetandisocianato en bruto. de 1 A se aplicaron sobre el dorso de una alfombra de mechones de pelo. La alfombra así tratada previamente se colocó "húmedo sobre húmedo" en la masa de la capa principal (0,9 kg/m²) y se endureció por efectos de calor.

Los valores del ensayo figuran en la tabla 1/columna 1F.

1 G) Procedimiento según la presente invención (variante menos ventajosa)

Sobre 1 m² de la alfombra en bruto de mechones de pelo se aplicaron 200 g de una mezcla reactiva de 100 partes del compuesto A y 34,0 partes (200 % de la cantidad equivalente) de diisocianatodifenilmetano en bruto y se almacenó durante varias horas en el armario térmico a 100°C. Terminado el endurecimiento de la mezcla de la capa previa se aplicaron 1000 g/m² de la capa principal (como en 1A) y se trató térmicamente durante 5 minutos a 110°C. Sorprendentemente la unión de los mechones y la unión de los filamentos no es tan buena como según el método "húmedo sobre húmedo". Además, la unión entre la capa previa y la capa principal no es en determinados lugares óptima, pero sin embargo se aprecia una considerable mejora en comparación con el procedimiento tradicional.

T A B L A 1

	1 A	1 B	1 C	1 D	1 E	1 F	1 G
Resistencia de los mechones de pelo en Kp (valor medio de 10 mediciones)	2,7	7,5	3,8	7,6	7,4	7,7	5,8
Ligación de los filamentos	insuficiente	muy bueno	insuficiente	muy bueno	muy bueno	muy bueno	bueno
Rigidez	defectuoso	"	defectuoso	"	"	"	muy bueno
Ensayo de rodillo (DIN Borrador 54324)	10000	25000	12000	25000	25000	28000	27000
Peso específico g/cm ³	0,37	0,38	0,38	0,38	0,38	0,38	0,37

Discusión de los resultados de los ensayos.

a) La resistencia de los mechones, que se mide en una máquina de tracción de ensayo, tal y como es usual según DIN 53 504, está definida como la fuerza necesaria para arrancar un mechón del tejido base con un avance de 150 mm/min. La resistencia de los mechones se cuadruplica mediante el tratamiento previo y alcanza valores superiores a 5 kp.

b) La unión de los filamentos fué dejada al descubierto y mechones cortados se enjuiciaron opticamente y además se evaluó adicionalmente el fenómeno de desgaste del textil según el ensayo de rodillo (subjetivamente).

c) Rigidez: una tira de alfombra de 10 cm de anchura se sujetó horizontalmente de manera que sobresaliese libremente un trozo de 10 x 10 cm. La rigidez S está definida como cociente del peso por superficie de la muestra G (p/m²) y curvatura f

(mm):S = G/f. Los valores numerales superiores a 125 se consideran muy buenos, los valores numerales entre 100 - 110 como satisfactorios, los valores inferiores a 70 como defectuosos o insuficientes.

5 d) El ensayo de rodillo se efectuó según el borrador DIN 54 324. Alfombras adecuadas para el ensayo del rodillo deben soportar 25000 ciclos sin daño alguno. A pesar de que la mercancía en bruto de mechones no estaba prevista para grandes solicitudes y por lo tanto se destruyó mucho en todos los ensayos, se logra sin embargo, mediante el tratamiento previo
10 según la presente invención, una clara mejora.

Ejemplo 2

Un policompuesto B se preparó mezclando

70 partes de polipropilenglicol trifuncional (índice OH 32)
15 20 partes de polipropilenglicol trifuncional (índice OH 370)
10 partes de dipropilenglicol (industrialmente puro)
1,7 partes de acetnilacetato de níquel
0,05 partes de tetrametilbutilendiamina
0,4 partes de agua
20 150 partes de polvo de creta

Para el compuesto se obtiene un índice OH de 78,5, 100 partes del compuesto B son por lo tanto teóricamente equivalentes a una cantidad de 18,7 partes en peso de 4,4'-diisocianatodifenilmetano en bruto (31,5 % en peso de NCO, viscosidad a 25°C = 80 cP).
25

2 A) Procedimiento según la presente invención

Sobre el dorso de una alfombra en bruto de mechones de pelo se aplicó una mezcla de 100 partes del compuesto B y 37 partes (200 % de la cantidad equivalente) de 4,4'-diisocianatodifenilmetano en bruto en una cantidad de 400 g/m².
30

Inmediatamente a continuación se aplicó, como capa principal, 1000 g/m² de una mezcla de 100 partes del compuesto B y 20,5 partes (110 % de la cantidad equivalente) de 4,4'-diisocianatodifenilmetano en bruto y la alfombra recubierta se calentó durante 15 minutos a 120°C.

La resistencia de los mechones del producto asciende a 8,5 kp. En el ensayo de rodillo se apreciaron en el revestimiento destrucciones solo después de 24000 ciclos. La unión de los filamentos se enjuicia como muy buena. El peso específico de la capa de espuma asciende a 0,34 g/cm³.

2 B) Ensayo comparativo

Con una mezcla de 100 partes del compuesto B y 20,5 partes de 4,4'-difenilmetandisocianato se recubrió directamente una alfombra en bruto (cantidad de aplicación 1500 g/m²) y se solidificó durante 15 minutos a 120°C. La comprobación en el rodillo se hubo de interrumpir después de 9000 ciclos por destrucción del material. La unión de los filamentos se ha de evaluar como "insuficiente", la resistencia de los mechones asciende solo a 2,67 kp, la rigidez S = 85 - 90. Peso específico en bruto de la capa de espuma: 0,35 g/cm³.

2 C) Procedimiento según la presente invención

En 250 partes del compuesto B se introdujeron y agitaron adicionalmente 70 partes de creta. El "compuesto de la capa previa", así obtenido, tenía un índice OH calculado de unos 61,5, no teniéndose aquí en consideración el contenido en humedad de la cantidad de creta adicional. Por lo tanto por 100 partes del "compuesto de la capa previa" se emplearon 44 partes (unas 300 % de la cantidad equivalente) del 4,4'-diisocianatodifenilmetano. Sobre 600 g/m² de la capa

previamente se aplicaron 1000 g/m² de capa de cobertura y se endureció por calentamiento. La alfombra recubierta, así obtenida, tiene una alta rigidez (S = 130) supera el ensayo del rodillo con más de 25000 ciclos y tiene una unión muy buena de las fibras.

Ejemplo 3

Policompuesto C compuesto de una mezcla de

70 partes de un polipropilenglicoléter lineal, modificado con óxido etilénico (índice OH 28)

8 partes de dipropilenglicol (industrialmente puro, índice OH 750)

30 partes de un polipropilenglicoléter trifuncional (índice OH 345)

2 partes de aceite ricinólico (índice OH calculado 376)

0,4 partes de 2,3-dimetil-3,4,5,6-tetrahidropirimidina

150 partes de polvo de creta

El compuesto C tiene, considerando el contenido en humedad del material de carga (aprox. 0,1 %), un índice OH de 73.

3 A) Ensayo comparativo (sin recubrimiento previo)

El recubrimiento se efectúa mediante una instalación según la figura 1 (velocidad de recubrimiento = 3 m/min, anchura de trabajo 2 m, rendimiento 6 m²/min.). Un dispositivo mezclador de alta fuerza de cizallamiento (Eur-o-matic) se alimentó mediante un dispositivo dosificador, por minuto, con 6000 g del compuesto C y 1200 g de un polifenil-polimetileno-poliisocianato en bruto (MDI en bruto) con un contenido en NCO de un 30,6 %, al mismo tiempo que, a través de otra bomba pequeña no representada en el dibujo, se alimentaron por minuto 150 g de un estabilizador de silicona, así como aire

a presión (bajo unas 6 atmósferas). De la manga del mezclador salía una masa reactiva mecanizadamente pre-espumada que mediante un dispositivo de rasqueta se aplicó sobre el soporte de separación (tejido recubierto de caucho de silicona) en forma igualada y después se combinó con la mercancía de la alfombra en bruto de mechones de pelo. En un horno calentador (tiempo de residencia 3 minutos a 100°C) se endureció la mezcla.

El recubrimiento presentó un peso específico en bruto de 0,30 g/cm³. La resistencia de los mechones era de 1,7 - 2,2 kp. El ensayo del rodillo se interrumpió después de 6000 ciclos, ya que los lazos de los mechones se habían arrancado parcialmente del material de base y se habían roto filamentos.

3 B) Procedimiento según la presente invención

Mientras como en 3 A se preparan por minuto 5 kg de la mezcla de la capa principal mecanizadamente preespumada y se presenta sobre el soporte de separación, se efectúa en un dispositivo de dosificación y de mezcla secundario, pequeño, la preparación de la mezcla de aplicación previa de 1000 g del policompuesto C y 400 g del poliisocianato por minuto y esto, sin espumación previa, mediante introducción y agitación de aire y sin adición de silicona. La masa de aplicación previa se aplicó mediante un cilindro sobre el dorso de la alfombra en bruto en una cantidad de unos 230 g/m². La capa previa y la capa principal se reunieron a continuación y se endureció en la zona de calentamiento.

La alfombra, así obtenida, supera el ensayo del rodillo en más de 35000 ciclos. La resistencia de los mechones es de 7,1 kp. La rigidez S = 120; la unión de los filamentos

se evalúa como "excelente".

- N O T A -

5 Descrita suficientemente la naturaleza del inven-
to, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe
hacerse constar que las disposiciones anteriormente indica-
das son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto
no alteren su principio fundamental. También se hace cons-
tar que el invento corresponde a una Solicitud de Patente,
presentada en Alemania, con fecha 22 de agosto de 1.974, ba-
10 jo el número P 24 40 271.9, acogiéndose por lo tanto a los
beneficios que conceden los Convenios Internacionales en
vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido in-
vento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20
años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA RECUBRIR EL DORSO
15 DE REVESTIMIENTOS PARA PISOS CON MEZCLAS ESPUMABLES REACTI-
VAS; caracterizándose por lo siguiente:

 1º.- Procedimiento para recubrir el dorso de re-
vestimientos para pisos con mezclas espumables reactivas, en
caso dado previamente espumadas, de uno o de varios poliésteres,
20 uno o varios isocianatos orgánicos di- o polifuncionales y,
en caso dado, materiales de carga, agentes de propulsión, ac-
tivadores, estabilizadores y pigmentos colorantes, caracteri-
zado porque en una primera etapa, una mezcla espumable reac-
tiva de poliésteres y poliisocianatos se aplica, como capa pre-
25 via, directamente sobre el dorso del sustrato a recubrir,
manteniéndose una proporción de equivalencia entre NCO y OH
entre 1,5 y 3,5 y, en una segunda etapa sobre la capa previa
que aún contiene grupos OH libres, y aún sin espumar o solo
poco espumada, sin terminar de reaccionar, directamente o por
30 recubrimiento por inversión, se aplica una segunda capa espu-

mable, en caso dado previamente espumada, reactiva, de poliols y poliisocianatos, como capa principal, manteniéndose una proporción entre NCO y OH entre 0,95 y 1,25 y a continuación en material compuesto se deja endurecer.

5 2º.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque para la capa principal y para la capa previa se emplea la misma mezcla de poliols espumable, pero no espumada previamente, evitándose en la capa previa la formación de una espuma estable mediante un alto exceso de NCO.

10 3º.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la capa previa y la capa principal se endurecen después de la reunión en una zona calentada.

15 4º.- Procedimiento para recubrir el dorso de revestimientos para pisos con mezclas espumables reactivas, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 25 hojas, escritas a máquina por una sola cara.

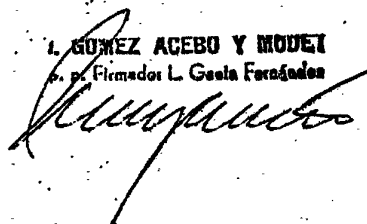
21 AGO. 1975

Madrid

20

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT

L. GOMEZ ACEBO Y MOUET
p. de Firmados L. Góme Acebo



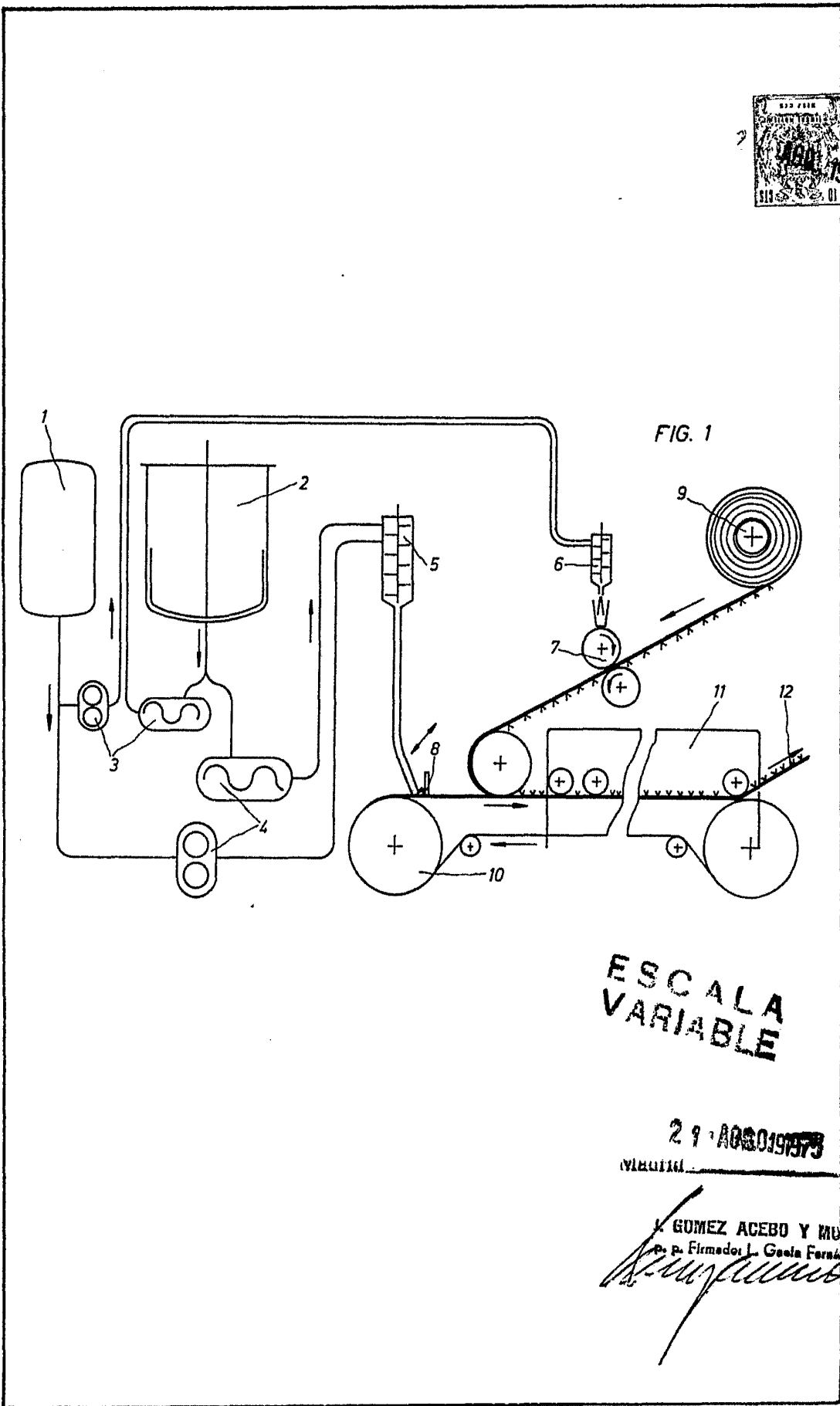


FIG. 1

ESCALA
VARIABLE

29-AOS0191973

1919/11/11

J. GOMEZ ACEBO Y MU...
P. p. Firmador, L. Gesta Firmador