

MINISTERIO DE INDUSTRIA
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



Concedido el Registro de acuerdo ⁽¹⁹⁾ ES ⁽²¹⁾
con los datos que figuran
sente descripción y
tenido de la Memoria ⁽²²⁾ 20 NOV. 1978

⁽¹¹⁾ NUMERO
463.773
⁽²²⁾ FECHA DE PRESENTACION
2.11.77

⁽¹⁰⁾ A 1

PATENTE DE INVENCIÓN

⁽³⁰⁾ PRIORIDADES: ⁽³¹⁾ NUMERO	⁽³²⁾ FECHA	⁽³³⁾ PAIS
737.930	2 de noviembre de 1976	NORTEAMERICA

⁽⁴⁷⁾ FECHA DE PUBLICIDAD	⁽⁵¹⁾ CLASIFICACION INTERNACIONAL	⁽⁶²⁾ PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	B 29 D	

⁽⁶⁴⁾ TITULO DE LA INVENCIÓN
PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE UNA ESPUMA DE POLIESTER RESI- LIENTE Y ESTABLE.

⁽⁷¹⁾ SOLICITANTE (S)
THE PROCTER & GAMBLE COMPANY.

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
301 East Sixth Street, Cincinnati, Ohio 45202, EE.UU. de A.

⁽⁷²⁾ INVENTOR (ES)
Thomas Allen DesMarais.

⁽⁷³⁾ TITULAR (ES)

⁽⁷⁴⁾ REPRESENTANTE
GOMEZ-ACEBO.

Esta invención se relaciona con un procedimiento para preparar materiales de espuma de poliéster y, más específicamente, para preparar espumas de poliéster elásticas.

5 Los poliésteres pueden definirse ampliamente como compuestos macromoleculares que tienen una pluralidad de grupos de éster de carboxilato en sus estructuras primarias.

10 Los poliésteres, como se definen para usarse en la presente, deben distinguirse de otros polímeros que contienen éster (v. gr., ésteres de celulosa, ésteres de polivinilo y poli-
10 liacrilatos) en donde los grupos carboxilato están presentes en las entidades sustituyentes suspendidas de la estructura básica del polímero.

15 Los poliésteres ya eran conocidos a la ciencia durante muchos años y se han utilizado en los años recientes en aplicaciones diversas tales como revestimientos, películas, fibras, compuestos de moldeado y como intermedios en reacciones químicas. Las espumas de poliéster, basados en los ácidos no saturados y los materiales de reticulación monoméricos no saturados, se han también conocido y usado. Las espumas producidas
20 de poliésteres, cuya estructura polimérica no depende para su desarrollo de la no saturación dentro de sus monómeros sustituyentes, sin embargo, han recibido poca atención con anterioridad. Y lo mismo es específicamente el caso de las espumas elásticas producidas a partir de estos poliésteres.

25 La mayoría de los poliésteres que se usan en la actualidad son los polímeros lineales, en oposición a los polímeros tridimensionales. Los polímeros tridimensionales son, desde luego, polímeros que tienen reticulaciones entre las estructuras poliméricas lineales esencialmente que forman las estructuras
30 básicas primarias de las moléculas. Puede haber cierta ra-

mificación dentro de las estructuras básicas primarias sin tener que desviarse de la linealidad esencial.

Los poliésteres se han sintetizado anteriormente a partir de una variedad de reactivos, a través del uso de varios esquemas de reacción. La síntesis más directa es la esterificación de un ácido dicarboxílico con un glicol. (Se hace referencia algunas veces a los ácidos dicarboxílicos y glicoles, respectivamente, como ácidos dibásicos y compuestos de dihidroxi). En este esquema, la mezcla de ácido dicarboxílico/glicol se calienta hasta que ocurre la condensación. Los productos de la reacción de condensación son el poliéster y agua.

Los poliésteres pueden también prepararse mediante reacciones de intercambio de éster.

Un tercer método general para preparar los poliésteres y aquel que es más útil en la práctica de la presente invención, es la policondensación de polioles con haluros de acilo, tales como cloruros de diácido. Los productos de esta reacción de policondensación son, desde luego, el poliéster y un haluro de hidrógeno, tal como cloruro de hidrógeno. Dependiendo de las propiedades físicas de los reactivos, la reacción del haluro de acilo-poliol se lleva a cabo frecuentemente en presencia de un solvente inerte, tal como clorobenceno o un bifenilo clorado. Se hace pasar frecuentemente una corriente de gas inerte a través del sistema de reacción para remover el haluro de hidrógeno gaseoso. Es también posible llevar a cabo la reacción de haluro de acilo y poliol sin el uso de solventes, si los reactivos son compuestos de baja temperatura de fusión que pueden formar una mezcla homogénea. En cualquier caso, es esencial que todos los componentes del sistema de reacción estén exentos de humedad, puesto que el agua hidroliza el halu-

ro de acilo, dando por terminada de esta manera la reacción de polimerización.

Las espumas de poliéster estables, tridimensionales se forman haciendo reaccionar juntos los haluros de acilo, polioles y agentes de reticulación de polihidroxi, en presencia de carbonatos de metal alcalino bajo condiciones de manera tal como para formar espumas. Después de la formación, las espumas de poliéster pueden aplastarse a fin de romper las membranas entre las celdas, produciendo de esta manera redes interconectadas de celdas y para ayudar a la liberación del haluro de hidrógeno gaseoso atrapado.

Un objeto de la presente invención es preparar espumas estables, elásticas de poliéster a partir de haluros de acilo, polioles y agentes de reticulación de polihidroxi que se hacen reaccionar en presencia de carbonato de metal alcalino.

Un objeto adicional de esta invención es preparar materiales de espuma estables, elásticos, basados en poliésteres tridimensionales preparados a partir de haluros de acilo, polioles y agentes de reticulación de polihidroxi.

Un objeto todavía adicional de esta invención es preparar materiales de espuma elásticos, estables, en donde los grados relativos de la hidrofiliidad se controlan mediante la naturaleza de los reactivos usados para preparar los materiales de espuma elásticos.

Un objeto todavía adicional de esta invención es preparar materiales de espuma de poliéster absorbentes, elásticos.

Otro objeto de esta invención es preparar materiales de espuma de poliéster que pueden usarse en vez de los materiales de espuma de poliuretano. Un objeto adicional de esta in-

vención es preparar materiales de espuma de poliéster que no produzcan un nivel indeseable de gases tóxicos, producidos cuando se queman los materiales de espuma de poliuretano.

5 Un objeto todavía adicional de esta invención es preparar materiales de espuma de poliéster estables, absorbentes, elásticos, que son farmacológicamente aceptables para usarse en contacto con el cuerpo humano.

10 Estos y otros objetos se harán fácilmente evidentes de la Descripción Detallada de la Invención que se dará a continuación.

15 Aún cuando esta especificación concluye con las reivindicaciones que señalan con particularidad y reivindican claramente la materia objeto considerada como la invención, se cre que la invención dada a conocer en la presente podrá comprenderse mejor a partir de la siguiente descripción detallada.

20 Como se usa en la presente, el término "estable" se relaciona con los materiales que retienen sus propiedades físicas después de almacenarse bajo condiciones ambiente o semejantes a las condiciones ambiente, durante por lo menos varias semanas. Como se usa en la presente, el término "elástico" se relaciona con la capacidad de un material para regresar esencialmente a su configuración original después de que se remueve una fuerza de deformación. Como se usa en la presente, el
25 término "farmacológicamente aceptable" se refiere a la capacidad de un material a utilizarse en contacto íntimo con porciones del cuerpo humano, tales como la piel o la membrana mucosa, sin producir resultados perjudiciales. A no ser que se indique lo contrario, los términos "espuma" "espuma de poliéster" y "material de espuma de poliéster" se usan intercambiablen-

30

te en la presente y se refieren a las estructuras celulares, las paredes de la celda de las cuales se forman a partir de un material polimérico sólido derivado de poliésteres.

Los materiales de espuma de poliéster de la presente invención se preparan a partir de una mezcla de reacción que consiste de cuatro componentes: haluro de acilo, poliol, un agente de reticulación de polihidroxi y carbonato de metal alcalino.

Aún cuando puede usarse cualquier método de preparación apropiado, un método preferido para producir espumas de poliéster es el método semejante a aquel usado en el método de una sola operación, bien conocido, para preparar espumas de poliuretano. Los distintos componentes de reacción se suministran a una temperatura de aproximadamente 20° a aproximadamente 65°C, hacia una cabeza mezcladora en donde se agitan violentamente durante de aproximadamente 0,005 a aproximadamente 0,5 minutos a una temperatura de aproximadamente 20°C a aproximadamente 65°C y a una presión de aproximadamente cero hasta aproximadamente 7,03 kilogramos por centímetro cuadrado. La mezcla espumada luego se descarga hacia una correa movible. La espuma se deja curar durante de aproximadamente 5 a aproximadamente 1.000 minutos a una temperatura de aproximadamente 20°C a aproximadamente 100°C. La curación puede acelerarse a través de la adición de energía, a la espuma. La espuma curada luego está lista para el tratamiento adicional que se requiera, según el uso al cual se destine el material.

Un método de preparación por lotes o intermitente muy sencillo y efectivo consiste de mezclar el poliol y el agente de reticulación de polihidroxi y calentar la mezcla hasta la temperatura deseada. A la mezcla anteriormente citada,

en un recipiente apropiado, se añade el carbonato de metal alcalino con mezclado vigoroso. Después de un cierto período de mezclado, el haluro de acilo se añade mezclándose. La masa resultante, que puede colocarse opcionalmente en un recipiente apropiado, se deja curar a temperatura ambiente. Puede usarse opcionalmente radiación infrarroja para acelerar la curación de la superficie de la masa de espuma.

Alternativamente, pueden hacerse pre-reaccionar dos o tres de los componentes de la reacción, en cualesquiera de las proporciones deseadas, y el producto de esta pre-reacción luego se hace reaccionar con el resto de los componentes de la reacción, como se ha indicado en lo que antecede.

Los haluros de acilo (llamados algunas veces haluros de ácido policarboxílico) útiles en la presente invención son compuestos orgánicos que contienen cuando menos dos radicales de $-COX$, en donde X es un átomo de halógeno. De preferencia, los haluros de acilo son cloruro decarboxílicos que tienen la fórmula general $ClOC-RCOCl$, en donde R es un grupo alifático definido como $(CH_2)_n$, en donde n es mayor o igual a tres. Los ejemplos de los cloruros del ácido dicarboxílico preferidos son cloruro de glutarilo, cloruro de adípilo, cloruro de pimelilo, cloruro de suberilo, cloruro de azelailo y cloruro de sebacilo. El haluro de acilo especialmente preferido para usarse en la producción de espumas estables, absorbentes elásticas que pueden usarse para absorber los fluidos del cuerpo humano, es el cloruro de diácido del ácido adípico, el cloruro de adípilo. Aún cuando por lo general se usará un haluro de acilo individual, el uso de mezclas de dos o más haluros de acilo queda dentro del alcance de esta invención.

Los polioles son compuestos orgánicos que contienen

una pluralidad de grupos hidroxilo. Se usan en la presente dos tipos diferentes de polioles que sirven para dos funciones diferentes. Por razones de conveniencia, a uno de ellos se hace referencia simplemente como "poliol" y al otro se hace referencia como "agente de reticulación de polihidroxi". La distinción entre los dos se hará fácilmente evidente de una lectura de los siguientes párrafos.

Tal y como se usa en la presente, el término "poliol" se refiere a una molécula orgánica que tiene cuando menos dos grupos hidroxilo y un peso equivalente de por lo menos aproximadamente 1,000, de preferencia de por lo menos 1,500. De preferencia, el poliol es alifático. Estos polioles sirven principalmente para constituir las estructuras primarias básicas del poliéster de esta invención.

Los dioles (compuestos de poliol que contienen dos grupos hidroxilo) apropiados para usarse en la presente invención son los polímeros de óxido de etileno-óxido de propileno-propilenglicol, tales como Poliol PLURACOL 686, producido por BASF Wyandotte, de Wyandotte, Michigan. El poliol PLURACOL 686 es un copolímero de bloque ABA que contiene aproximadamente 80 por ciento de óxido de etileno (A) y 20 por ciento de óxido de propileno (B). Es un diol que tiene un peso molecular de aproximadamente 5,000 y un número de hidroxilo de 22,4, (el número de hidroxilo se define como el número de miligramos de hidróxido de potasio requerido para neutralizar completamente el producto de hidrólisis del derivado completamente acilado, que se prepara a partir de un gramo de poliol. Matemáticamente, el número de hidroxilo de un compuesto es igual a 56.100 veces el número de grupos hidroxilo en el compuesto dividido entre el peso molecular del compuesto).

Un ejemplo de un triol apropiado (compuesto de poliol que contiene tres grupos hidroxilo) es la glicerina líquida etoxilada-propoxilada vendida por The Dow Chemical Company de Midland, Michigan bajo el nombre comercial XC1421. Este material tiene un peso molecular de aproximadamente 5.000, contiene aproximadamente 65 por ciento de óxido de etileno y tiene un número de hidroxilo de aproximadamente 33,7.

Se prefieren los polioles cuadrafuncionales, para usarse en la presente invención. ("Tal y como se usa en la presente, el término "cuadrafuncional" y "trifuncional" se refiere a los compuestos que tienen, respectivamente, cuatro y tres grupos hidroxilo disponibles para la reacción). Se ha descubierto sorprendentemente que los polioles cuadrafuncionales producen una espuma de poliéster que es más elástica que aquella producida a partir de otros polioles. Los ejemplos de los polioles cuadrafuncionales son los copolímeros de bloque de óxido de etileno-óxido de propileno, basados ya sea en etilendiamina o pentaeritritol. El primero se vende bajo el nombre comercial Tetronic por BASF Wyandotte. El último que tiene un peso molecular de aproximadamente 4.000 a aproximadamente 30.000 y un contenido de óxido de etileno de aproximadamente 5 por ciento a aproximadamente 90 por ciento, se prefiere para usarse en la presente invención para producir espumas de poliéster absorbentes, elásticas, útiles en tapones para menstruación.

Los polioles basados en el óxido de etileno sin óxido de propileno presente, pueden usarse, pero estos polioles por lo general tienen una temperatura de fusión demasiado elevada para tratamiento conveniente. Los contenidos de óxido de etileno mayores de aproximadamente 60 por ciento y menores de aproximadamente 90 por ciento, son los contenidos generalmente

preferidos.

Pueden usarse en esta invención las mezclas de polioles.

5 Como se usa en la presente, el término "agente de reticulación de polihidroxi" se refiere a un derivado propoxilado (aducto) de un alcohol polihídrico. Estos agentes de reticulación de polihidroxi contienen grupos hidroxilo secundarios disponibles. Estos materiales a base de óxido de propileno usados en la presente invención, deben por lo menos ser tri-
10 funcionales, de preferencia cuadrafuncionales. Deben tener un peso equivalente de menos de aproximadamente 250. De preferencia, deben tener un peso molecular de menos de aproximadamente 500. Se prefieren especialmente los aductos de óxido de propileno de trimetilolpropano y pentaeritritol. Los materiales
15 apropiados se venden bajo el nombre comercial de Pluracol, tales como TP340, TP440, PE450 y PEP550 por BASF Wyandotte. El TP340 es el derivado de trimetilolpropano tripropoxilado, mientras que el TP440 es el derivado tetrapropoxilado. PEP450 y PEP550 son los derivados tetrapropoxilados y pentapropoxilados
20 del pentaeritritol. Los agentes de reticulación de polihidroxi sirven principalmente para introducir reticulaciones covalentes entre las porciones esencialmente lineales de la estructura primaria de la espuma de poliéster de esta invención.

Pueden usarse mezclas de los agentes de reticulación de polihidroxi así como un solo agente de reticulación de polihidroxi para producir el poliéster de esta invención.
25

Los carbonatos de metal alcalino útiles en la presente invención son compuestos inorgánicos bien conocidos. De preferencia, se usa el carbonato de sodio de calidad reactiva. Se
30 ha descubierto que algunas muestras del carbonato de sodio de

calidad técnica no funcionarán apropiadamente en esta invención. Sin embargo, el calentamiento de estas muestras a temperatura de aproximadamente 700°C durante varios minutos, se ha encontrado que convierte las mismas en materiales que funcionan apropiadamente. De preferencia el carbonato de metal alcalino debe estar finamente molido. Se prefiere particularmente un carbonato de sodio de calidad reactiva molido de manera que el 100 por ciento pase a través de un tamiz de malla 400.

Debido a la acción del agua de dar por terminada la polimerización, ya mencionada anteriormente, el nivel de humedad en el sistema de reacción total debe mantenerse a menos de aproximadamente 0,1 por ciento en peso.

Además, se ha encontrado que las bases inorgánicas, tales como hidróxido de sodio, no funcionan en la invención presente en vez de los carbonatos de metal alcalino. Entre otras razones para esto, está el hecho de que son higroscópicos y tienden a introducir cantidades excesivas de agua en el sistema.

Como se usa en la presente, el término "sistema de reacción" abarca la cantidad total de los componentes de reacción usados para producir las espumas de poliéster de esta invención.

El índice del haluro de ácido es una medida de la cantidad del haluro de ácido presente en el sistema de reacción. Se define como siendo 100 veces la relación del número de equivalentes de haluro de ácido presentes en el sistema de reacción al número de equivalentes de hidroxilos disponibles presentes en el sistema de reacción. Un índice de haluro de ácido de 100, indica la presencia de cantidades estequiométricas de haluro de ácido e hidroxilos disponibles. Un índice de haluro de ácido

mayor de 100, indica la presencia de un exceso de haluro de ácido, mientras que un índice de haluro de ácido menor de 100, indica la presencia de un exceso de hidroxilos en el sistema de reacción.

5 El índice de haluro de ácido del sistema de reacción útil en la presente invención debe ser de aproximadamente 100. Los sistemas que tienen un índice de haluro de ácido mayor de aproximadamente 98, se ha encontrado que son apropiados. Es permisible y se prefiere un ligero exceso de haluro de acilo
10 (índice de haluro de ácido mayor de 100). De esta manera, los sistemas de reacción que tienen un índice de haluro de ácido menor de aproximadamente 108 pero mayor de aproximadamente 100, se prefieren.

15 Los índices de haluro de ácido de entre aproximadamente 98 y aproximadamente 108 representan sistemas que tienen una cantidad esencialmente estequiométrica de haluro de acilo.

La cantidad de haluro de acilo presente en el sistema de reacción tiene un efecto considerable en la densidad de la espuma de poliéster producida. Se ha demostrado que cuando
20 el nivel de haluro de ácido aumenta de aproximadamente 19 por ciento a aproximadamente 21 por ciento en peso del sistema de reacción, mientras que el número de equivalentes de hidroxilos presentes se ajusta para mantener un índice constante de haluro de ácido, la densidad de la espuma de poliéster disminuye de
25 aproximadamente 0,16 gramos por centímetro cúbico a aproximadamente 0,06 gramos por centímetro cúbico). Para usarse en tapones de menstruación, tal y como se describirá a continuación, se prefieren las espumas elásticas de baja densidad. Para otros usos, desde luego, pueden ser más apropiadas otras densidades.
30

La cantidad del agente de reticulación de polihidroxi presenta debe ser de aproximadamente 15 por ciento a aproximadamente 80 por ciento en peso del poliol presente, de preferencia de aproximadamente 20 por ciento a aproximadamente 40 por ciento.

5

La cantidad del carbonato de metal alcalino presente debe ser de aproximadamente 2 por ciento a aproximadamente 150 por ciento, de preferencia de aproximadamente 25 por ciento a aproximadamente 67 por ciento en peso de la cantidad total de poliol, el agente de reticulación de polihidroxi y al haluro de ácido presentes. Son toleradas por el sistema cantidades pequeñas de bicarbonato de metal alcalino, tal como bicarbonato de sodio. El bicarbonato de metal alcalino hasta un nivel de aproximadamente 5 por ciento en peso de los materiales orgánicos totales presentes, se puede añadir sin efecto perjudicial.

10

15

Las mezclas de haluros de acilo, polioles y los agentes de reticulación de polihidroxi, se pueden usar para preparar espumas de poliéster si se sigue el esquema de reacción general descrito en esta especificación. Se ha descubierto, sin embargo, que las espumas preparadas de esta manera, son inapropiadas e inestables después de curarse; ya que tienden a licuarse durante el almacenamiento a condiciones ambiente. Se ha descubierto sorprendentemente que la adición de carbonato de metal alcalino al sistema de reacción conduce a la formación de espumas que tienen estabilidad excelente aún durante un almacenamiento prolongado. Se ha descubierto también que los niveles bajos de bicarbonato de metal alcalino en ausencia de carbonato de metal alcalino, mejoran la estabilidad de las espumas de poliéster en relación con las espumas preparadas sin la inclusión ya sea de carbonato o bicarbonato de metal alcalino en la mez-

20

25

30

cla de reacción, pero la mejora en la estabilidad de la espuma de poliéster proporcionada mediante el bicarbonato de metal alcalino es significativamente menor que la proporcionada por el carbonato de metal alcalino.

5 Sin adelantar una teoría específica en cuanto a la función del carbonato de metal alcalino, puede manifestarse que este material no parece ser que entre en la reacción ni se convierta en una parte de la estructura del polímero, ni parece ser que funcione como un agente hinchador. Esencialmente, todo
10 el carbonato de metal alcalino puede recuperarse después de completarse la reacción de polimerización.

 El carácter hidrofílico/hidrofóbico de las espumas de poliéster de esta invención se determina en gran parte mediante la naturaleza de los reactivos a partir de los cuales se forma
15 el poliéster. Por ejemplo, cuando se usa como el poliol un pentaeritritol propoxilado y etoxilado que tiene un peso molecular mayor de 15.000 y un contenido mayor de óxido de etileno del 70 por ciento, el poliéster resultante es hidrofílico, mientras que aquel producido con un poliol semejante que tiene un
20 contenido de óxido de propileno de aproximadamente 90 por ciento en peso, es hidrofóbico. Asimismo, aumentando la longitud de la cadena alifática en el haluro de acilo, por ejemplo cambiando de cloruro de glutarilo a cloruro de adípilo, se disminuye la hidrofiliidad de la espuma de poliéster resultante.
25 Queda dentro de la capacidad de una persona experta en el ramo que tiene ante la misma las enseñanzas de esta especificación, el seleccionar los reactivos que rindan un material de espuma de poliéster con el carácter hidrofílico/hidrofóbico mejor apropiado para el uso que se desee.

30 Además de los cuatro componentes requeridos de la mez

cla de reacción, pueden estar presentes materiales adicionales siempre y cuando su presencia no interfiera con la reacción de policondensación fundamental. Los ejemplos de materiales opcionales incluyen los surfactantes no iónicos útiles como estabilizadores de espuma no curada, surfactantes catalíticos, pigmentos, sustancias químicas de combustión lenta, y similares. El Pluronic L-92, un surfactante no iónico que tiene un peso molecular de aproximadamente 3.600 y un número de hidroxilo de aproximadamente 31, tal como los producidos por BASF Wyandotte, es particularmente útil como un surfactante catalítico. (Los surfactantes catalíticos contribuyen a la estructura del poliéter y el poliuretano, en forma de espumas, reduciendo el tamaño de celda de espuma y activando el tamaño uniforme de la celda de espuma).

A fin de describir más completamente la presente invención, y no a modo de limitación, se presentan los siguientes ejemplos.

EJEMPLO 1

Una mezcla que consiste de 400 gramos de Poliol Pluracol 686 (poliol) y 144 gramos de Pluracol TOP-340 (agente de reticulación de polihidroxi) se calentó en un recipiente de acero inoxidable a una temperatura de 40°C. Esta mezcla también contenía 0,1 gramo de Pluronic L-92 (surfactante catalítico). La mezcla calentada se trasladó a un recipiente de papel cilíndrico de 8,9 centímetros de diámetro. A la mezcla en el recipiente de papel cilíndrico se añadieron 100 gramos de carbonato de sodio del cual el 100 por ciento pasaría a través de un tamiz de malla 80 y el 50 por ciento pasaría a través de un tamiz de malla 200. La mezcla resultante se agitó durante 25 segundos con un mezclador de paleta de turbina de diámetro

de 6,1 centímetros. Al final del mezclado inicial, se añadieron 151 gramos de cloruro de adipilo y la composición de reacción total se agitó durante 10 segundos adicionales. La espuma de poliéster elástica resultante se removió del recipiente de papel cilíndrico y se sometió a radiación infrarroja para acelerar la cura de la superficie. La espuma de poliéster elástica resultante tenía una densidad de 0,045 gramos por centímetro cúbico.

EJEMPLO 2

Una mezcla que consiste de 397,6 gramos de Dox XD 1421 (poliol) y 192,4 gramos de Pluracol TP-440 (agente de reticulación de polihidroxi) se colocó en un recipiente de acero inoxidable. Cuatro gramos de Pluronic L-92 (surfactante catalítico) se añadieron también a la mezcla. Se siguió el procedimiento del Ejemplo I para producir la espuma de poliéster elástico, excepto que la mezcla inicial se calentó a temperatura de 45°C.

La cantidad de carbonato de sodio usada en este ejemplo fué de 200 gramos mientras que se usaron 155 gramos de cloruro de adipilo. La espuma de poliéster elástica resultante tenía una densidad de 0,06 gramos por centímetro cúbico.

EJEMPLO 3

La espuma de poliéster elástica absorbente producida en este ejemplo se basó en un poliol que era un copolímero de bloque de óxido de etileno y óxido de propileno de pentaeritritol y que tenía un contenido de óxido de etileno de 73 por ciento y un número de hidroxilo de 14. Una mezcla que consistía de 199,9 gramos del poliol anteriormente mencionado y 73,1 gramos de Pluracol PEP-450 (agente de reticulación de polihidroxi) mas 2 gramos de Pluronic L-92 (surfactante catalí-

tico) se colocó en un recipiente de acero inoxidable y se calentó a temperatura de 50°C. La mezcla calentada se trasladó a un cilindro de papel de diámetro de 8,9 centímetros. A la mezcla en el cilindro de papel se añadieron 100 gramos de carbonato de sodio como se usó en el Ejemplo 1 y el sistema se agitó durante 20 segundos con un mezclador de seis paletas de diámetro de 7,6 centímetros. Después del mezclado inicial, se añadieron al sistema 74 gramos de cloruro de adipilo y el mezclado se continuó durante 10 segundos. El sistema de reacción total se vació en un envase rectangular de 22,9 centímetros por 15,2 centímetros y se dejó solidificar.

Después de que la superficie de la espuma de poliéster se había sometido a radiación infrarroja durante cinco minutos para reducir la pegajosidad superficial, la masa de espuma se trituró entre rodillos opuestos. La espuma de poliéster de celdas abiertas, absorbente, elástica resultante tenía una densidad de 0,06 gramos por centímetro cúbico. Después de triturarse o desmenuzarse y lavarse con agua, la espuma de poliéster flexible absorbente de este ejemplo era eminentemente apropiada para usarse en el cuerpo absorbente agregado para menstruación descrito por Schaefer en la Patente Norteamericana Número 3.815.601.

Para algunas aplicaciones, es deseable que la espuma de poliéster tenga celdas abiertas. Como se usa en la presente, el término "celdas abiertas" significa que las celdas individuales de la espuma estén interconectadas mediante canales abiertos. La espuma de poliéster curada puede convertirse hacia el estado de celdas abiertas sometiendo la misma a una fuerza de compresión suficiente para reducir su volumen hasta aproximadamente el 20 por ciento de su valor original. Esta compre-

sión tiende a romper las membranas que constituyen las paredes individuales de la celda. Además de formar una red interconectada de canales y celdas, esta compresión y la rotura de la membrana resultante facilita la liberación del haluro de hidrógeno gaseoso de la masa de espuma curada.

Para usarse como tapones de menstruación, se prefiere que la espuma de poliéster sea de celdas abiertas y que tenga de 40 a aproximadamente 400 celdas por 2,54 centímetros lineales.

Para algunas aplicaciones, es deseable que el carbonato de metal alcalino residual y el haluro de hidrógeno se laven de la masa de la espuma de poliéster. Esta operación de lavado puede efectuarse fácilmente reduciendo la masa de espuma hasta partículas de tamaño conveniente (por ejemplo desmenuzándose o cortándose) y agitando estas partículas en un solvente apropiado tal como agua. En la mayoría de los casos, el carbonato de metal alcalino residual es más que suficiente para neutralizar cualquier haluro de hidrógeno residual presente. Después de lavarse, la espuma de poliéster puede secarse de cualquier manera conocida conveniente que será evidente para aquellas personas expertas en el ramo.

Las espumas de poliéster novedosas de la presente invención encuentran aplicación en numerosas circunstancias en donde se requieren materiales de espuma suaves, elásticos, absorbentes. Por ejemplo, la espuma desmenuzada y lavada de la presente invención puede usarse en el cuerpo absorbente agregado de menstruación descrito por Schaefer en la Patente Norteamericana Número 3.815.601 que fué expedida el 11 de junio de 1973, y que se incorpora en la presente por referencia.

Además, las espumas de poliéster novedosas de la pre

sente invención pueden usarse en aplicaciones en donde se usan en la actualidad las espumas de poliuretano. Estas aplicaciones incluyen el uso en vendajes quirúrgicos, esponjas domésticas, almohadillas para muebles, y semejantes.

5

EJEMPLO 4

En este ejemplo se hicieron pre-reaccionar porciones de dos de los componentes de reacción y el producto de pre-reacción se utilizó en la formación de una espuma de poliéster de esta invención.

10

Los ciento cincuenta gramos de Pluracol PEP-450 (agente de reticulación de polihidroxi) se mezclaron con 37,7 gramos de cloruro de adipilo (pureza del 96 por ciento) durante 20 segundos a temperatura ambiente y a presión atmosférica en un vaso picudo de capacidad de 500 mililitros con un mezclador de paletas de turbina de 7,6 centímetros de diámetro.

15

El producto resultante se dejó desgasificar durante una hora a temperatura ambiente. Una alícuota de 105,7 gramos del producto de reacción se mezcló con 250 gramos de Pluracol Poliol 747 y 2,5 gramos de Pluronic I-92. El poliol Pluracol 747 es un

20

copolímero de bloque de óxido de etileno-óxido de propileno de pentaeritritol, tiene un contenido de óxido de etileno de 73 por ciento y un número de hidroxilo de 14, y se fabrica por BASF Wyandotte. Una alícuota de 286,6 gramos de esta mezcla

25

descrita en último término, que se había calentado a temperatura de 50°C en un vaso picudo de acero, se mezcló con 100 gramos de carbonato de sodio de calidad reactiva, anhidro durante 20 segundos en una copa o envase de papel cilíndrico de capacidad de 0,95 litros con el mezclador anteriormente descrito. A

30

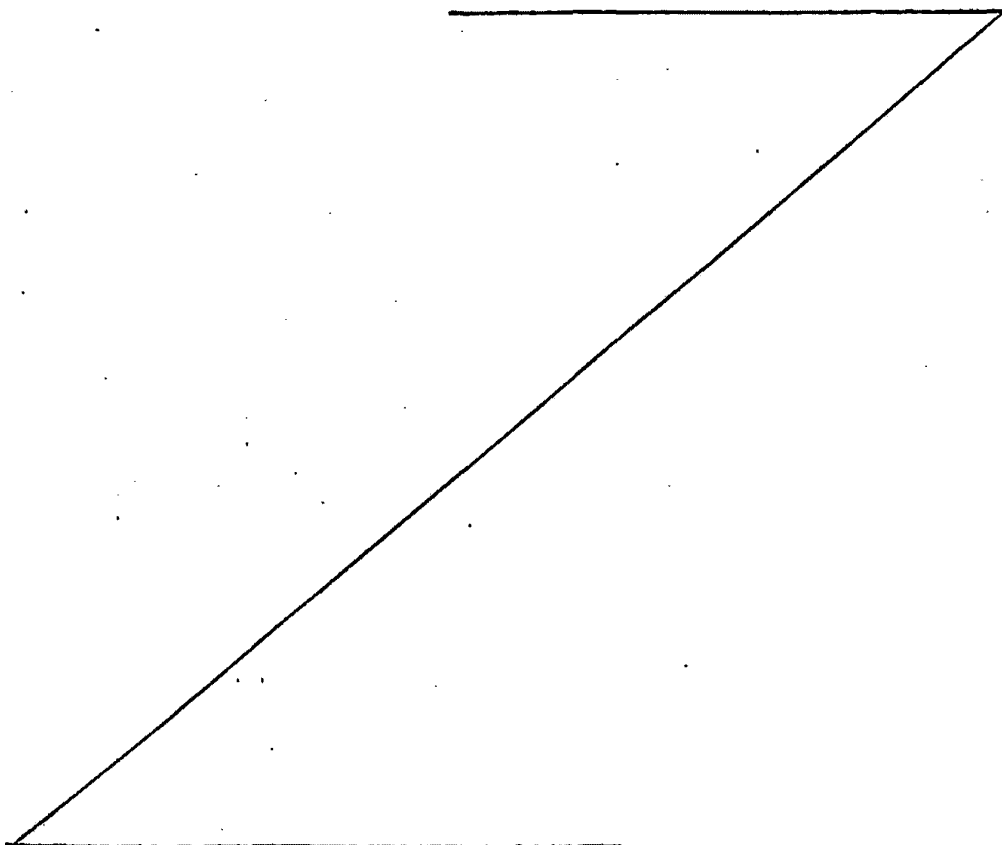
la mezcla en el envase de papel cilíndrico, se añadieron 57,9 gramos de cloruro de adipilo (pureza de 96 por ciento) y se

mezclaron durante 10 segundos. El producto resultante exhibió un tiempo para el cremado de 30 segundos y un tiempo de expansión de 1 minuto y 50 segundos.

5 Después de dejarse curar durante 5 minutos a temperatura ambiente, la espuma de poliéster resultante era de celdas abiertas (es decir, no requería reticulación para producir celdas abiertas) y tenía una estructura de celda excesivamente fina. Tenía una densidad de aproximadamente 0,19 gramos por centímetro cúbico.

10 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.

15



REIVINDICACIONES

5 1ª.- Procedimiento para la producción de una espuma de poliéster resiliente y estable, esencialmente de células cerradas, con 50 a 400 células aproximadamente por cada 2,5 cm lineales y con una densidad de 0,06 g/cm³ aproximadamente; caracterizado porque comprende reaccionar: (a) al menos un poliol que tiene como mínimo dos grupos hidroxilo y un peso equivalente de al menos 1.000 aproximadamente; (b) al menos un agente reticulante polihidroxílico a base de óxido de propileno que 10 tiene como mínimo tres grupos hidroxilo y un peso equivalente inferior a 250 aproximadamente; y (c) al menos un haluro de acilo que tiene como mínimo dos radicales -COX en donde X es un átomo de halógeno; realizándose la co-reacción en presencia de un carbonato de metal alcalino.

15 2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el agente reticulante polihidroxílico tiene un peso molecular inferior a 500 aproximadamente.

20 3ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque al menos una porción del agente reticulante polihidroxílico se pre-reacciona con al menos una porción del haluro de acilo.

25 4ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se hace reaccionar: (a) una parte en peso de poliol; (b) de 0,15 a 0,80 partes en peso aproximadamente del agente reticulante polihidroxílico; y (c) una cantidad sustancialmente estequiométrica del haluro de acilo; en presencia de una cantidad de carbonato de metal alcalino igual a 2 - 150 % en peso aproximadamente de la cantidad total de poliol, agente reticulante polihidroxílico y haluro de acilo presentes.

30 5ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, carac-

terizado porque el poliol es un polímero de óxido de etileno-
-óxido de propileno, con un contenido en óxido de etileno de
al menos 60 % en peso aproximadamente.

5 6ª.- Procedimiento según la reivindicación 5, caracte-
terizado porque el poliol es cuadrafuncional.

7ª.- Procedimiento según la reivindicación 6, caracte-
terizado porque el poliol cuadrafuncional es un polímero de
óxido de etileno-óxido de propileno basado en pentaeritritol.

10 8ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracte-
terizado porque el agente reticulante polihidroxílico es cuadra-
funcional.

15 9ª.- Procedimiento según la reivindicación 8, caracte-
terizado porque el agente reticulante polihidroxílico cuadra-
funcional es un aducto de óxido de propileno de pentaeritri-
tol.

20 10ª.- Procedimiento según las reivindicaciones ante-
riores, caracterizado porque: (a) el poliol es un copolímero
en bloque cuadrafuncional de óxido de etileno-óxido de propi-
leno de pentaeritritol, con un contenido en óxido de etileno
de al menos 60 % en peso aproximadamente y un peso molecular
de al menos 4.000 aproximadamente; (b) el agente reticulante
polihidroxílico es un aducto cuadrafuncional de óxido de pro-
pileno de pentaeritritol; y (c) el haluro de acilo es cloruro
de adipilo.

25 11ª.- Procedimiento según las reivindicaciones ante-
riores, caracterizado porque comprende las etapas adicionales
de curar la espuma y comprimir la espuma curada al 20 % apro-
ximadamente de su volumen original.

30 12ª.- Procedimiento para la producción de una espuma
de poliéster resiliente y estable, tal y como queda sustan-

cialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 23 hojas, escritas a máquina por una sola cara.

Madrid

26 JUL. 1978

THE PROCTER & GAMBLE COMPANY.

5

L. M. GOMEZ AGUIRRE Y PANDO
c. p. Remolón 1 Surco 018

