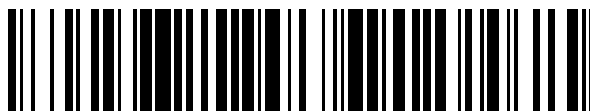


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 383 751**

51 Int. Cl.:
C08G 18/50 (2006.01)
C08G 18/66 (2006.01)
C09D 175/08 (2006.01)
C09J 175/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **04008844 .5**
96 Fecha de presentación: **14.04.2004**
97 Número de publicación de la solicitud: **1471088**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **27.10.2004**

54 Título: **Formulaciones de poliuretano y su uso**

30 Prioridad:
25.04.2003 DE 10318740

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
26.06.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
26.06.2012

73 Titular/es:
BAYER MATERIALSCIENCE AG
51368 LEVERKUSEN, DE

72 Inventor/es:
Knabenreich, Armin Jürgen;
Bulan, Renate;
Fähling, Friedhelm y
Mayer, Eduard

74 Agente/Representante:
Carpintero López, Mario

ES 2 383 751 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Formulaciones de poliuretano y su uso

5 La invención se refiere a formulaciones de poliuretano (PUR) a base de poliisocianatos orgánicos y compuestos de poliol orgánicos con un comportamiento de procesamiento mejorado debido a la compatibilidad más rápida de los componentes de la materia prima en el proceso de mezcla, así como a su uso para la fabricación de especialmente piezas de colada, masas de inclusión, laminados y recubrimientos.

10 Las formulaciones de PUR se usan desde hace muchos años como masas de resina de reacción de PUR, por ejemplo, en la industria eléctrica, por ejemplo, como componentes estructurales, masas de colada para transformadores, interruptores, conmutadores, sensores, aislantes o para el encapsulamiento de componentes eléctricos pequeños o chips electrónicos.

Las masas de resina de reacción de PUR son normalmente sistemas de 2 componentes. El componente A contiene normalmente los poliisocianatos, el componente B los polioles y/o poliaminas y frecuentemente también los aditivos.

Las masas de resina de reacción de PUR que han dado buenos resultados para la fabricación de piezas moldeadas de PUR compactas sin burbujas están preferentemente constituidas por:

15 isocianatos, sobre todo metanodifenilisocianato (MDI) técnico constituido por una mezcla de isómeros de 4,4'-, 2,4'-, 2,2'-MDI y proporciones de poliisocianatos polinucleares, ocasionalmente también isocianatos (ciclo)alifáticos libres de compuestos aromáticos como isoforondiisocianato o MDI hidrogenado (H12MDI);

polioles, sobre todo polioléteres y poliolésteres, aceite de ricino;

20 adiciones como, por ejemplo, catalizadores, cargas como, por ejemplo, harina de cuarzo y de dolomita, hidróxido de aluminio, creta, zeolitas, pigmentos, agentes ignífugos, plastificantes, sustancias de relleno y aditivos.

La mezcla del componente A y B se vierte en moldes y luego reacciona a temperatura ambiente o temperatura elevada dando un material moldeado de poliuretano o pieza moldeada de poliuretano insoluble reticulada.

25 Las masas de resina de reacción de PUR pueden procesarse según los procedimientos habituales de la tecnología de resinas de colada (Kunststoffhandbuch, tomo 7 Polyurethane, editor Guenter Oertel, 3ª edición, 1993, ISBN 3-446-16263-1, pág. 438-454).

30 En el procesamiento de las masas de resina de reacción de PUR se resulta claramente perjudicial una propiedad: la falta de compatibilidad del componente de isocianato y de poliol. A diferencia de otros sistemas, por ejemplo, las masas de resina de reacción de MDI-polioléter no catalizadas, requieren un tiempo de agitación de algunos minutos (10 a 15 minutos) hasta que se alcanza una compatibilidad y homogeneidad de los productos de partida mediante la incipiente formación de uretano; la mezcla se vuelve clara. Con un tiempo de agitación demasiado corto existe el riesgo de disgregación y, por tanto, de un endurecimiento incompleto, así como el riesgo de materiales moldeados de PUR no homogéneos.

35 En reacciones que transcurren muy lentamente a base de mezclas de resina de reacción de PUR, por ejemplo, en la fabricación de coladas para cables o transformadores, transductores o coladas para aislantes que frecuentemente transcurren sin catalizar e iniciadas a temperatura ambiente, esta incompatibilidad se vuelve especialmente molesta. Entonces, como se ha mencionado anteriormente, con tiempos de agitación demasiado cortos como, por ejemplo, en máquinas de colada con mezcladoras estáticas o mezcladoras dinámicas, se produce la disgregación y, por tanto, el endurecimiento incompleto o materiales moldeados no homogéneos.

40 La incompatibilidad puede evitarse cuando se usan, por ejemplo, prepolímeros de MDI especiales (Franke J.: Kunststoffe 79 (1989) 100, página 999). Además de la reducción de la temperatura de transición vítrea, en este procedimiento es desventajoso que la viscosidad inicial (viscosidad de colada) ascienda fuertemente mediante el uso de prepolímeros y de esta manera se reduzca la fluidez. Esto puede tener como consecuencia que los moldes, especialmente aquellos con geometrías complicadas, sólo se llenen insuficientemente. Aunque la fluidez puede mantenerse por una menor adición de carga, en el material moldeado resultante esto repercute negativamente en otras propiedades (por ejemplo, si se reduce la conductividad térmica, la susceptibilidad a la fisuración será mayor, la dureza será menor, etc.).

50 Otras posibilidades para provocar una rápida compatibilidad de los componentes de partida son el uso de catalizadores y la elevación de la temperatura, así como la combinación de ambas medidas. Ambas tienen como consecuencia que el tiempo de procesamiento se reduce claramente.

Otra posibilidad para mejorar la compatibilidad es el uso de mezclas técnicas de MDI con altas proporciones de 2,4'- y 4,4'-isómeros. Sin embargo, son desventajosos los reducidos valores mecánicos y térmicos resultantes.

Otra posibilidad para mejorar la compatibilidad es la modificación del componente de poliol usado por epóxidos. El material moldeado resultante es muy duro y frágil (documento EP-A 148 344). Si se requieren aislantes de alta termoestabilidad dimensional, es necesario reticular completamente el componente de resina epoxídica. No obstante, las temperaturas de postcurado necesarias para esto superiores a 120 °C conducen frecuentemente a daños en otros aislantes o componentes eléctricos que se usan en el componente. Por tanto, aquí sólo pueden usarse masas de resina de reacción de poliuretano libres de epóxidos.

Por tanto, el objetivo de la presente invención era proporcionar formulaciones de PUR que en la mezcla de los componentes de poliol con los poliisocianatos condujeran inmediatamente o muy rápidamente a una compatibilidad de manera que pudiera acortarse el tiempo de agitación, manteniéndose al mismo tiempo una viscosidad de colada baja y un tiempo de procesamiento largo y sin empeorar las por lo demás buenas propiedades de los materiales moldeados de PUR o piezas moldeadas de PUR resultantes como, por ejemplo, altas temperaturas de transición vítrea, buena resistencia térmica según DIN IEC 216, baja absorción de agua, alta resistencia a la compresión y ausencia de tensiones.

Son objeto de la invención formulaciones de poliuretano (formulaciones de PUR) para la fabricación de piezas moldeadas y materiales moldeados de PUR compactos sin burbujas que pueden obtenerse a partir de una mezcla de reacción que está constituida por

a) uno o varios poliisocianatos orgánicos,

b1) uno o varios polioles con pesos moleculares numéricos medios de 100 a 5000 a base de un iniciador aromático con al menos un grupo NH_2 y/o al menos un grupo NHR y/o a base de un iniciador alifático con al menos un grupo NH_2 y/o al menos un grupo NHR en la que R representa un grupo alquilo con 1 a 8 átomos de carbono,

b2) uno o varios polioles distintos de b1),

c) dado el caso extensores de cadena y/o reticulantes,

d) dado el caso catalizadores y

e) dado el caso coadyuvantes y/o aditivos.

Se encontró sorprendentemente que el uso parcial o exclusivo de polioles b1), que presentan aminas alifáticas o preferiblemente aromáticas como componente de iniciador, en la mezcla con los componentes de poliol b2) y los poliisocianatos a) conduce a una clara mejora de la compatibilidad con la disolución. Dependiendo de cuánto del componente b1) se incorpore mediante mezclado se alcanzará una compatibilidad directa de todos los componentes a) a e), incluso a temperatura ambiente, sin las desventajas anteriormente mencionadas de la disgregación y del endurecimiento incompleto.

Las propiedades mecánicas o térmicas de los poliuretanos resultantes a base de una mezcla de poliol que contiene un "compatibilizador" b1) permanecen más o menos invariables en comparación con las de un PUR con una mezcla de poliol sin "compatibilizador" b1). Frecuentemente, incluso se mejora el cuadro de propiedades total. Esto puede alcanzarse fácilmente especialmente añadiendo a los poliéteres b1) iniciados con diaminas aromáticas otros poliéteres b2) que luego presentan conjuntamente un índice de OH y funcionalidad OH numérica media similares a los de la mezcla de poliol de partida incompatible.

Otra ventaja de las formulaciones de PUR según la invención es que mediante el uso de los poliéteres b1) que contienen iniciadores aromáticos y/o alifáticos se simplifica esencialmente una fabricación continua de piezas moldeadas a bajas temperaturas, ya que se omite el tiempo de agitación hasta la compatibilidad. Entonces es suficiente una mezcla sencilla mediante, por ejemplo, mezcladoras estáticas. Las desventajas (como la mala manipulación debido a tiempos de aplicación muy cortos, elevada exotermia, etc.) se evitan mediante el uso de catalizadores o la elevación de la temperatura o la combinación de ambas medidas.

Como componente a) son especialmente adecuados di- y/o poliisocianatos alifáticos, heterocíclicos y especialmente aromáticos como se describen, por ejemplo, por W. Siefen en Justus Liebigs Annalen der Chemie, 562, páginas 75-136, por ejemplo, aquellos de fórmula $\text{Q}(\text{NCO})_n$ en la que $n = 2-4$, preferiblemente 2-3, y Q significa un resto de hidrocarburo aromático con 6 - 20, preferiblemente 6 - 13 átomos de C, o un resto de hidrocarburo aralifáticos con 8 - 15, preferiblemente 8 - 13 átomos de C. También pueden usarse aquellos poliisocianatos como se describen en el documento DE-A 28 32 253, páginas 10-11. Se prefieren especialmente los

5 poliiisocianatos técnicamente fácilmente accesibles, por ejemplo, el 2,4- y/o 2,6-tolulendiisocianato, así como mezclas discrecionales de estos isómeros ("TDI"), difenilmetanodiisocianatos (4,4'- y/o 2,4'- y/o 2,2'-isómeros), polifenil-polimetilen-poliisocianatos, como se preparan por condensación de anilina-formaldehído y posterior fosgenación ("MDI bruto") y poliiisocianatos modificados que presentan, por ejemplo, grupos carbodiimida, grupos uretano, grupos alofanato, grupos isocianurato, grupos urea y/o grupos biuret, especialmente aquellos poliiisocianatos modificados que se derivan de 2,4- y/o 2,6-tolulendiisocianato o de 4,4'- y/o 2,4'-difenilmetanodiisocianato.

10 Como componente de polioliol b1) se usan preferiblemente polioliésteres que presentan al menos 2 átomos de hidrógeno activos con isocianatos con un peso molecular entre 100 y 5000, preferiblemente 120-1500, con especial preferencia 300-800. Éstos se obtienen por poliadición de óxidos de alquileno como, por ejemplo, óxido de etileno, óxido de propileno, óxido de butileno, óxido de dodecilo u óxido de estireno, preferiblemente óxido de propileno y/o etileno, mono-, di- o poliaminas aromáticas como anilina, fenilendiaminas, tolulendiaminas (2,3-tolulendiamina, 3,4-tolulendiamina, 2,4-tolulendiamina, 2,5-tolulendiamina, 2,6-tolulendiamina o mezclas de los isómeros mencionados), 2,2'-diaminodifenilmetano, 2,4'-diaminodifenilmetano, 4,4'-diaminodifenilmetano o mezclas de estos isómeros, así como mono-, di- o poliaminas alifáticas como etilendiamina. Se prefieren aquellos poliésteres como se han descrito en el documento DE-A 38 29 290 en los que sólo una parte considerable de los grupos amino (4-40 % en moles) se monoalcoxila, de manera que el 2-20 % de los grupos reactivos con isocianato quedan como grupos amino secundarios. Estos componentes presentan una viscosidad comparativamente reducida, lo que repercute especialmente positivamente en las propiedades de flujo de la masa de resina de reacción de PUR.

20 Como polioles b2) de cadena larga se usan polioliésteres, polioliéster-ésteres y polioliésteres, o también aceite de ricino. Compuestos de polihidroxilo orgánicos b2) adecuados son todos los compuestos discrecionales conocidos de la química de los poliuretanos que presentan al menos 2, preferiblemente 2-8, con especial preferencia 2-4 grupos hidroxilo alcohólicamente unidos. A éstos pertenecen, por ejemplo, los polioliésteres lineales o ramificados conocidos del intervalo de peso molecular 150-8000, preferiblemente 150-4000. Polioliésteres adecuados son los productos de alcoxilación en sí conocidos de moléculas de iniciador adecuadas como, por ejemplo, agua, etilenglicol, dietilenglicol, propilenglicol, dipropilenglicol, butanodiol, butenodiol, butinodiol, bisfenol A, trimetilolpropano, glicerina, sorbitol, glucosa, sucrosa o mezclas discrecionales de moléculas de iniciador de este tipo usando óxido de etileno y/u óxido de propileno como agente de alcoxilación.

30 Los polioliésteres pueden prepararse según el procedimiento conocido, por ejemplo, mediante polimerización aniónica de óxidos de alquileno en presencia de hidróxidos alcalinos o alcoholatos alcalinos como catalizadores y con la adición de al menos una molécula de iniciador que contiene unidos 2 a 8 átomos de hidrógeno reactivos, o mediante polimerización catiónica de óxidos de alquileno en presencia de ácidos de Lewis como pentacloruro de antimonio o eterato de fluoruro de boro. Igualmente también es posible el uso del procedimiento de la cianida bimetálica que se describe en los documentos US-A 5.470.813 y US-A 5.482.908.

35 Polioliésteres adecuados son, por ejemplo, aquellos a base de los alcoholes mencionados y ácidos polibásicos como, por ejemplo, ácido adípico, ácido ftálico o ácido hexahidroftálico o también aceite de ricino.

Polioles de bajo peso molecular adecuados como componente c), especialmente con pesos moleculares de 62 a 400, son, por ejemplo, trietilenglicol, tetraetilenglicol, glicerina, tripropilenglicol o tetrapropilenglicol. También son adecuado aminoalcoholes como, por ejemplo, trietanolamina.

40 Como componente d) se usan catalizadores como, por ejemplo, aminas terciarias como tetraetilendiamina o dimetilbencilamina o catalizadores a base de organometales como, por ejemplo, octoato de estaño (II), dilaurato de dibutilestano o compuestos de bismuto orgánicos.

45 Como coadyuvantes y aditivos e) se usan especialmente colorantes, pigmentos, plastificantes, cargas como, por ejemplo, polvo de cuarzo, hidróxidos u óxidos de aluminio, creta y dolomita, materiales de refuerzo como fibras de vidrio o esferas de vidrio o esferas huecas, aditivos adsorbentes de agua como, por ejemplo, zeolitas, agentes ignífugos como, por ejemplo, los compuestos orgánicos de fósforo usados en la química de los poliuretanos para este fin, antiespumantes, nivelantes y antisedimentantes del tipo conocido de la tecnología de los barnices.

Los coadyuvantes y aditivos que dado el caso van a usarse conjuntamente se añaden en general al componente de polioliol, aunque en principio también puede considerarse su mezcla con el componente de poliiisocianato.

50 La fabricación de las piezas moldeadas o materiales moldeados se realiza preferiblemente dentro de un intervalo de temperatura de 0 a 60 °C, preferiblemente de 10 a 40 °C, para la mezcla de resina de reacción y de 0 a 160 °C, preferiblemente 10 a 120 °C, para el molde. El mezclado continuo de los correactantes y de los coadyuvantes y aditivos puede realizarse según los procedimientos conocidos del estado de la técnica.

Las formulaciones de PUR se usan para la fabricación de materiales moldeados de PUR o piezas moldeadas de PUR. Con las formulaciones de PUR pueden fabricarse especialmente masas de colada, masas de resina de colada, recubrimientos o adhesivos con las que se llega a una compatibilidad rápida o casi instantánea de los correactantes.

5 La invención se explicará más detalladamente mediante los siguientes ejemplos.

Ejemplos

- Polioléter 1: trimetilolpropano y óxido de propileno con una viscosidad (25 °C) 600 MPa, OHZ de 385
- Polioléter 2: 1,2-propilenglicol y óxido de propileno, viscosidad (25 °C) 55 MPa, OHZ 515
- Polioléter 3: 1,2-propilenglicol y óxido de propileno, viscosidad (25 °C) 140 mPas, OHZ 112
- 10 Polioléter 4: o-TDA y óxido de etileno y de propileno (34,5:42,9), viscosidad (25 °C) 8000 MPa, OHZ 415
- Polioléter 5: glicerina y óxido de propileno, viscosidad (25 °C) 400 MPa, OHZ 450
- Polioléter 6: glicerina y óxido de propileno, viscosidad (25 °C) 250 MPa, OHZ 250
- 15 Mezcla de isocianato: 70 partes de mezcla de poliisocianato de la serie de los difenilmetanos con una viscosidad de aproximadamente 190 MPa y un contenido de NCO del 31,4 % y 30 partes de una mezcla de poliisocianato de la serie de los difenilmetanos con una viscosidad de aproximadamente 19,5 MPa y un contenido de NCO de aproximadamente el 32,7 %
- Catalizador 1: 33 % de 1,4-diazabicyclo[2.2.2]octano, 67 % de dipropilenglicol (nombre comercial 33LV)
- Catalizador 2: compuesto de bismuto orgánico (nombre comercial Coscat 83)

20 En los siguientes ejemplos, todos los datos en "partes" se refieren a partes en peso.

Ejemplo 1 (no según la invención)

25 El polioléter 1 se desgasifica y se deshidrata durante 60 minutos a 80 °C y < 6 mbar (0,6 kPa). El polioléter 1 se deja luego enfriar a temperatura ambiente y 100 partes del polioléter 1 se mezclan vigorosamente con 95,1 partes de la mezcla de isocianato desgasificada a temperatura ambiente y < 6 mbar (0,6 kPa). Se forma una masa de resina de reacción incompatible, a partir de la cual se forma después de 860 s (tiempo de agitación hasta la temperatura de clarificación) una mezcla de resina de reacción de baja viscosidad compatible clara. Esta mezcla de resina de reacción se carga en un molde preparado con agente de desmoldeo y se endurece a temperatura ambiente durante aproximadamente 16 h. Después, el sólido obtenido se cura (se atempera térmicamente) otras 12 h a 80 °C.

30 La mezcla de resina de reacción tiene un tiempo de aplicación de 2800 s.

El material moldeado obtenido tiene una temperatura de transición vítrea de 97-98 °C

Ejemplo 2 (según la invención)

35 Se mezclan 70,0 partes del polioléter 1, 6,4 partes del polioléter 2, 5,1 partes del polioléter 3 y 18,5 partes del polioléter 4 y se desgasifican y se deshidratan una hora a 80 °C y < 6 mbar (0,6 kPa) (la mezcla de polioléteres tiene un índice de OH de 385 y una funcionalidad de iniciador promediada en número de 3. Ésto se corresponde con los valores del Ejemplo 1). La mezcla de polioléteres se deja luego enfriar a temperatura ambiente y se mezcla vigorosamente con 95,1 partes de la mezcla de isocianato desgasificada a temperatura ambiente y < 6 mbar (0,6 kPa). Después de un tiempo de agitación de 100 s se forma una mezcla de resina de reacción de baja viscosidad compatible. Esta mezcla de resina de reacción se carga en un molde preparado con agente de desmoldeo y se endurece a temperatura ambiente durante aproximadamente 16 h. Después, el sólido obtenido se cura otras 12 h a 80 °C.

40 La mezcla de resina de reacción tiene un tiempo de aplicación de 2016 s.

El material moldeado obtenido tiene una temperatura de transición vítrea de 116-118 °C

Ejemplo 3 (no según la invención)

100 partes del polioléter 5 se desgasifican y se deshidratan durante 60 minutos a < 6 mbar (0,6 kPa). El polioléter 5 se deja luego enfriar a temperatura ambiente y se mezcla vigorosamente con 118 partes de la mezcla de isocianato desgasificada a temperatura ambiente y < 6 mbar (0,6 kPa). Se forma una mezcla de resina de reacción incompatible a partir de la cual se forma después de 930 s (tiempo de agitación hasta la temperatura de clarificación) una mezcla de resina de reacción de baja viscosidad compatible clara. Esta mezcla de resina de reacción se carga en un molde preparado con agente de desmoldeo y se endurece a temperatura ambiente durante aproximadamente 16 h. Después, el sólido obtenido se cura otras 12 h a 80 °C.

La mezcla de resina de reacción tiene un tiempo de aplicación de 3900 s.

El material moldeado obtenido tiene una temperatura de transición vítrea de 105-110 °C.

10 **Ejemplo 4** (según la invención)

Se mezclan 70 partes del polioléter 5, 21,6 partes del polioléter 4, 8,1 partes de tripropilenglicol y 0,3 partes del polioléter 6 y se desgasifican y se deshidratan una hora a 80 °C y < 6 mbar (0,6 kPa). La mezcla de polioléteres se deja luego enfriar a temperatura ambiente y se mezcla vigorosamente con 118 partes de la mezcla de isocianato desgasificada a temperatura ambiente y < 6 mbar (0,6 kPa). Después de un tiempo de agitación de 65 s se forma una mezcla de resina de reacción de baja viscosidad compatible. Esta mezcla de resina de reacción se carga en un molde preparado con agente de desmoldeo y se endurece a temperatura ambiente durante aproximadamente 16 h. Después, el sólido obtenido se cura otras 12 h a 80 °C.

La mezcla de resina de reacción tiene un tiempo de aplicación de 2040 s.

El material moldeado obtenido tiene una temperatura de transición vítrea de 116 °C.

20 **Ejemplo 5** (no según la invención)

100 partes del polioléter 1 y 0,5 partes del catalizador 1 se desgasifican y se deshidratan durante 60 minutos a 80 °C y < 6 mbar (0,6 kPa). La mezcla se deja luego enfriar a temperatura ambiente y se mezcla vigorosamente con 95,1 partes de la mezcla de isocianato desgasificada a temperatura ambiente y < 6 mbar (0,6 kPa). Se forma una mezcla de resina de reacción incompatible a partir de la cual se forma después de 110 s (tiempo de agitación hasta la temperatura de clarificación) una mezcla de resina de reacción de baja viscosidad compatible clara. Esta mezcla de resina de reacción se carga en un molde preparado con agente de desmoldeo y se endurece a temperatura ambiente durante aproximadamente 16 h. Después, el sólido obtenido se cura otras 12 h a 80 °C.

La mezcla de resina de reacción tiene un tiempo de aplicación de 360 s.

El material moldeado obtenido tiene una temperatura de transición vítrea de 99-101 °C.

30 **Ejemplo 6** (no según la invención)

100 partes del polioléter 1 y 0,25 partes del catalizador 2 se desgasifican y se deshidratan durante 60 minutos a 80 °C y < 6 mbar (0,6 kPa). La mezcla se deja luego enfriar a temperatura ambiente y se mezcla vigorosamente con 95,1 de la mezcla de isocianato desgasificada a temperatura ambiente y < 6 mbar (0,6 kPa). Se forma una mezcla de resina de reacción incompatible a partir de la cual se forma después de 70 s (tiempo de agitación hasta la temperatura de clarificación) una mezcla de resina de reacción de baja viscosidad compatible clara. Esta mezcla de resina de reacción se carga en un molde preparado con agente de desmoldeo y se endurece a temperatura ambiente durante aproximadamente 16 h. Después, el sólido obtenido se cura otras 12 h a 80 °C.

La mezcla de resina de reacción tiene un tiempo de aplicación de 300 s.

El material moldeado obtenido tiene una temperatura de transición vítrea de 98-100 °C.

40 **Definiciones:**

Tiempo de la temperatura de clarificación (TTC; [s]):

El tiempo que es necesario para llevar con agitación los componentes de resina de reacción de una emulsión turbia a una mezcla homogénea clara.

Tiempo de aplicación (TA; [s]):

45 El tiempo desde la mezcla de los componentes de resina de reacción hasta que se alcanza la viscosidad de procesamiento máxima.

Tiempo de procesamiento (TP; [s]):

El tiempo entre la aparición de la temperatura de clarificación y la viscosidad de la mezcla de resina de reacción máximamente posible para el procesamiento (proceso de colada).

Procedimiento de determinación para TP, TA y TTC:

- 5 En un vaso de precipitados de polietileno de 250 ml se cargan los componentes de polioli e isocianato a aproximadamente 23 °C en la relación de mezcla necesaria en una cantidad total de aproximadamente 200 g. Ambos componentes se mezclan entre sí mediante una varilla agitadora y se agitan hasta que se forma una mezcla homogénea clara. Después, la formación de la viscosidad se evalúa hasta que se produce una transición claramente visible de un líquido altamente viscoso a un gel. La medida de tiempo se empieza al empezar la mezcla de los componentes. El tiempo desde el inicio del proceso de mezcla hasta la transición de una emulsión turbia a una mezcla homogénea clara es el TTC.
- 10

El tiempo desde el inicio del proceso de mezcla hasta la transición del líquido a un gel es el TA.

El tiempo de procesamiento máximamente disponible resulta del tiempo de aplicación menos el tiempo de la temperatura de clarificación (TP = TA – TTC).

- 15 Temperatura de transición vítrea (Tg; [°C]):

La determinación de la temperatura de transición vítrea se realizó mediante el análisis de calorimetría diferencial de barrido (DSC) según DIN 53 765.

Tabla: TTC, TA y Tg

	Tiempo de agitación hasta la temperatura de clarificación	Tiempo de aplicación	Temperatura de transición vítrea
Ejemplo 1	860 s	2800 s	97-98 °C
2*	100 s	2016 s	116-118 °C
3	930 s	3900 s	105-110 °C
4*	65 s	2040 s	116 °C
5	110 s	360 s	99-101 °C
6	70 s	300 s	98-100 °C
* según la invención			

REIVINDICACIONES

1.- Formulaciones de poliuretano para la fabricación de piezas moldeadas y materiales moldeados de PUR compactos sin burbujas que pueden obtenerse a partir de una mezcla de reacción que está constituida por

a) uno o varios poliisocianatos orgánicos

5 b1) uno o varios polioles con pesos moleculares numéricos medios de 100 a 5000 a base de un iniciador aromático con al menos un grupo NH_2 y/o al menos un grupo NHR en el que R representa un grupo alquilo con 1 a 8 átomos de carbono,

b2) uno o varios polioles distintos de b1) del grupo constituido por polioléteres, polioléter-ésteres, poliolésteres con 2 a 8 grupos hidroxilo alcohólicamente unidos y aceite de ricino,

10 c) dado el caso extensores de cadena y/o reticulantes del grupo constituido por polioles de bajo peso molecular con pesos moleculares de 62 a 400,

d) dado el caso catalizadores y

15 e) dado el caso coadyuvantes y/o aditivos del grupo constituido por colorantes, pigmentos, plastificantes, cargas, materiales de refuerzo, aditivos absorbentes de agua, agentes ignífugos, antiespumantes, nivelantes y antisedimentantes.

2.- Uso de la formulación de PUR según la reivindicación 1 para la fabricación de masas de colada, masas de resina de colada, recubrimientos, adhesivos, laminados y masas de inclusión.