



República Federativa do Brasil  
Ministério do Desenvolvimento, Indústria  
e do Comércio Exterior  
Instituto Nacional da Propriedade Industrial.

(11) PI0011064-7 B1



(22) Data de Depósito: 05/05/2000  
**(45) Data da Concessão: 09/02/2010**  
**(RPI 2040)**

**(51) Int.Cl.:**  
C08G 18/08 (2010.01)  
C08G 18/40 (2010.01)  
C08G 18/32 (2010.01)

---

(54) Título: **PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE UM POLIOL DE PIPA, E, COMPOSIÇÃO DE POLIOL DE PIPA.**

(30) Prioridade Unionista: 31/05/1999 EP 99110479.5

(73) Titular(es): Huntsman International LLC

(72) Inventor(es): Alphonse Elisabeth Joseph Bruyninckx, Gabriel Albert Verhelst

"PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE UM POLIOL DE PIPA, E,  
COMPOSIÇÃO DE POLIOL DE PIPA"

A presente invenção refere-se a um processo para a preparação de Polióis de PIPA. Polióis de PIPA têm sido antes descritos, veja por exemplo US 4452923, US 4438252, US 4554306, GB 2102822, WO 94/12553. Polióis de PIPA são produtos de reação de poliadição de um poliisocianato e um composto de baixo peso molecular, possuindo uma pluralidade de grupos hidroxila, amina primária e/ou amina secundária, feitos na presença de polióis de alto peso molecular, em particular de poliéter polióis. O poliol de PIPA é uma dispersão de material particulado em um poliol e é usado por exemplo na preparação de placas ou de espumas flexíveis moldadas com melhoradas propriedades de suporte de carga. A quantidade de poliol de PIPA utilizada nas formulações para a preparação de tais espumas convencionalmente é tal que a quantidade de material particulado calculada sobre todo o poliol de alto peso molecular empregado nas formulações é de 1-15% em peso. Os polióis de PIPA mais comumente usados hoje em dia é provavelmente um poliol de PIPA possuindo cerca de 20% em peso de material particulado, que é diluído com mais poliol de alto peso molecular para a faixa de carga acima de 1-15% em peso.

Seria desejável que houvesse a capacidade de se proporcionar poliol de PIPA com uma carga consideravelmente maior. Isto permitiria que o produtor de espuma usasse poliol de PIPA com cargas mais elevadas para a preparação de espuma. Até mesmo se o produtor de espuma diluísse o poliol de PIPA com uma carga maior, ele teria a vantagem de se poder transportar o poliol de PIPA em uma forma mais concentrada e de dilui-lo no local onde é preciso e na extensão necessária. As espumas preparadas a partir de tais polióis de PIPA mostram boas propriedades de retardamento de chama e são mais facilmente recicláveis.

Processos para a preparação de tais polióis de PIPA, com uma

carga maior, são conhecidos, veja, por exemplo, a técnica anterior mencionada acima. Contudo estes processos acarretam produtos que possuem uma alta viscosidade e/ou não são estáveis ou estes processos acarretam, certamente em uma maior escala, uma reação descontrolada que dá polióis de PIPA que podem causar o colapso da espuma quando usados na preparação de espumas de poliuretano flexíveis.

De modo surpreendente, verificamos um processo para a preparação de tais polióis de PIPA com um alto teor de material particulado, uma baixa viscosidade e uma boa estabilidade.

Portanto a presente invenção refere-se a um processo para a preparação de um poliol compreendendo material particulado na forma dispersada, a quantidade de material particulado sendo de 30-80% em peso e preferivelmente de 40-70% em peso calculada sobre a composição total no qual:

- um composto reativo a isocianato compreendendo uma pluralidade de grupos hidroxila, amina primária e/ou amina secundária e possuindo um peso equivalente de até 400 é emulsificado em um poliol, possuindo um peso equivalente de 1.000-5.000 e uma funcionalidade hidroxila nominal média de 2-6, em uma temperatura de 60-100°C sob condições de misturação de alto cisalhamento.

- um poliisocianato é gradualmente adicionado na emulsão assim formada ao mesmo tempo mantendo a temperatura entre 60-120°C, preferivelmente 70-110°C, e simultaneamente mantendo condições de alto cisalhamento,

- a mistura reacional, obtida após toda a adição de poliisocianato, é permitida reagir adicionalmente por um período de tempo de 10 minutos - 2 horas, preferivelmente 15 minutos - 1 hora, ao mesmo tempo mantendo a temperatura entre 60-120°C, preferivelmente 70-110°C,

- 5
- a misturação de alto cisalhamento é descontinuada, e opcionalmente
  - o poliol assim obtido e compreendendo o material particulado em uma quantidade de 30-80% em peso na forma dispersada é resfriado para a temperatura ambiente.

No contexto do presente pedido os seguintes termos possuem os seguintes significados:

- 10
- 1) A expressão “espuma de poliuretano” como aqui usada em geral se refere aos produtos celulares obtidos pela reação de poliisocianatos com compostos contendo hidrogênio reativo a isocianato, usando agentes de formação de espuma, e em particular inclui produtos celulares obtidos com água como agente de formação de espuma reativo (envolvendo uma reação de água com grupos isocianato dando dióxido de carbono e ligações de uréia e produzindo espumas de poli(uréia-uretano)).

15

  - 2) O termo “funcionalidade hidroxila nominal média” é aqui usado para indicar a funcionalidade média numérica (número de grupos hidroxila por molécula) da composição de poliol assumindo que esta é a funcionalidade média numérica (número de átomos de hidrogênio ativo por molécula) de iniciador(es) empregado em suas preparações embora na prática ele com freqüência será menor por causa de alguma insaturação terminal. O termo “peso equivalente” refere-se ao peso molecular por átomo de hidrogênio reativo a isocianato na molécula.

20

  - 3) A palavra “média” refere-se à média numérica a não ser que seja indicada de outro modo.

O poliol possuindo um peso equivalente médio de 1.000-5.000

e uma funcionalidade hidroxila nominal média de 2-6 (daqui por diante referido como o composto 1) pode ser selecionado de polióis conhecidos na técnica. De preferência os polióis possuem um peso equivalente médio de 1.000-3.000 e uma funcionalidade hidroxila nominal média de 2-4.

5 O composto 1 pode ser selecionado de poliéter polióis, poliéster polióis, poliésteramida polióis, politioéter polióis, policarbonato polióis, poliacetal polióis e poliolefina polióis.

10 Poliéter polióis, que podem ser utilizados, incluem produtos obtidos pela polimerização de um óxido cílico, por exemplo óxido de etileno, óxido de propileno, óxido de butileno ou tetrahidrofurano na presença de iniciadores polifuncionais. Compostos iniciadores adequados contêm uma pluralidade de átomos de hidrogênio ativo e incluem água, butanodiol, etileno glicol, propileno glicol, dietileno glicol, trietileno glicol, dipropileno glicol, etanol amina, dietanol amina, trietanol amina, tolueno 15 diamina, dietil tolueno diamina, fenil diamina, tolueno diamina, fenil diamina, difenil-metano-diamina, etileno-diamina, ciclo-hexano-diamina, ciclo-hexano-dimetanol, resorcinol, bisfenol A, glicerol, trimetilol-propano, 1,2,6-hexanetriol, pentaeritritol e sorbitol. Misturas de iniciadores e/ou de óxidos cílicos podem ser utilizadas.

20 Os poliéter polióis preferivelmente são aqueles baseados em óxido de propileno (OP) e/ou óxido de etileno (OE). Quando baseiam-se em ambos OE e OP a quantidade de grupos oxietileno no poliol pode variar de 5-90% em peso, preferivelmente 5-50% em peso e mais preferivelmente 5-25% em peso calculada sobre o peso de poliol. Se polióis forem usados 25 compreendendo grupos oxipropileno e oxietileno, os polióis poderão ser copolímeros em bloco, copolímeros aleatórios ou misturas dos mesmos. Um poliéter poliol particularmente preferido é um polioxipropileno-poloxietileno-poliol possuindo 5-25% em peso de grupos oxietileno que estão na extremidade das cadeias poliméricas (denominados de polióis de

OE/OP de extremidade de OE).

Poliéster polióis que podem ser empregados incluem produtos de reação de álcoois poli-hídricos terminados com hidroxila tais como etileno glicol, propileno glicol, dietileno glicol, 1,4-butanodiol, neopentil-glicol, 1,6-hexanodiol, ciclo-hexano-dimetanol, glicerol, trimetilol-propano, pentaeritritol ou poliéter polióis ou misturas de tais álcoois poli-hídricos, e ácidos policarboxílicos, especialmente ácidos dicarboxílicos ou seus derivados formadores de éster, por exemplo ácidos succínico, glutárico e adípico ou seus dimetil-ésteres, ácido sebácico, anidrido ftálico, anidrido tetracloro-ftálico ou tereftalato de dimetila ou suas misturas. Também podem ser utilizados poliésteres obtidos pela polimerização de lactonas por exemplo caprolactona, juntamente com um poliol, ou de ácidos hidróxi-carboxílicos tal como ácido hidróxi-capróico.

Poliésteramida-polióis podem ser obtidos pela inclusão de amino-álcoois tal como etanol amina em misturas de poliesterificação.

Politioéter polióis que podem ser empregados incluem produtos obtidos pela condensação de tioglicol quer sozinho quer com outros glicóis, óxidos de alquíleno, ácidos dicarboxílicos, formaldeído, amino-álcoois ou ácidos amino-carboxílicos.

Policarbonato polióis que podem ser utilizados incluem produtos obtidos pela reação de dióis tais como 1,3-propanodiol, 1,4-butanodiol, 1,6-hexanodiol, dietileno glicol ou tetraetileno-glicol com carbonatos de diarila, por exemplo carbonato de difenila, ou com fosgênio.

Poliacetal polióis que podem ser usados incluem aqueles preparados pela reação de glicóis tais como dietileno glicol, trietileno glicol ou hexanodiol com formaldeído. Poliacetais adequados também podem ser preparados pela polimerização de acetais cílicos.

Poliolefina polióis apropriados incluem homo- e copolímeros de butadieno terminados com hidroxila e polissiloxano-polióis apropriados

incluem polidimetilssiloxano-dióis e trióis.

De preferência poliéter polióis ou misturas de poliéter polióis são utilizados como composto 1.

O composto reativo a isocianato possuindo uma pluralidade de grupos -OH, >NH e/ou -NH<sub>2</sub> e um peso equivalente por átomo de hidrogênio reativo de até 400 (daqui por diante referido como o 'composto 2') preferivelmente possui um peso equivalente de até 200 e pode ser selecionado de alanol-aminas, poliéter polióis amina-iniciados de baixo peso molecular, hidrazinas, di-hidrazinas, uréia, compostos hidroxil-terminados de baixo peso molecular tais como etileno glicol, glicerina, glicol-éteres, pentaeritritol ou misturas dos mesmos. Tais alanol-aminas adequadas incluem mono-, di- e trialcanol-aminas, particularmente aquelas nas quais os grupos alanol possuem de 2 a 6, preferivelmente de 2 a 3 átomos de carbono. As mono- e dialcanol-aminas também podem possuir um único substituinte N-alquila, preferivelmente possuindo de 1 a 6 átomos de carbono. Dentre estas as preferidas são monoetanol-amina, dietanol amina, trietanol amina, N-metil-etanol-amina, N-etyl-etanol-amina, N-butil-etanol-amina, N-metil-dietanol-amina, diisopropanol-amina, triisopropanol-amina, N-metil-isopropanol-amina, N-etyl-isopropanol-amina e N-propil-isopropanol-amina.

Aminas primárias e/ou secundárias adequadas incluem aminas poli-hídricas alifáticas, aril-alifáticas, ciclo-alifáticas e aromáticas incluindo, por exemplo, etileno-diamina, 1,2- e 1,3-propileno-diamina, tetrametileno-diamina, hexametileno-diamina, dodecametileno-diamina, trimetil-diamino-hexano, N,N'-dimetil-etileno-diamina, homólogos superiores de etileno-diamina tais como dietileno-triamina, trietileno-tetramina e tetraetileno-pentamina, homólogos de propileno-diamina, 4-amino-benzil-amina, 4-amino-fenil-etyl-amina, piperazina, N,N'-bisamino-etyl-dipropileno-triamina, e 1-amino-3,3,5-trimetil-5-amino-metil-ciclo-hexano.

Hidrazinas apropriadas incluem a própria hidrazina e hidrazinas monossubstituídas ou N,N'-dissubstituídas possuindo grupos substituintes tais como grupos C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-alquila, ciclo-hexila ou fenila. A própria hidrazina é preferida dentre estas.

5 Hidrazidas adequadas incluem as hidrazidas de ácidos carboxílicos multifuncionais tais como ácido carbônico, ácido oxálico, ácido malônico, ácido succínico, ácido adípico, ácido sebácico, ácido azeláico, ácido maleico, ácido fumárico, ácido ftálico, ácido isoftálico e ácido tereftálico, e os ésteres de um ácido hidrazina-monocarboxílico com fenóis e  
10 álcoois di-hídricos ou poli-hídricos.

Os ‘compostos 2’ mais preferidos são alanol-aminas nas quais os grupos alanol possuem 2-6 átomos de carbono, em particular as di- e trialcanol-aminas. O composto mais preferido é trietanol amina.

O poliisocianato usado na preparação de poliol de PIPA pode  
15 ser selecionado daqueles alifáticos, aromáticos e/ou ciclo-alifáticos. Exemplos são diisocianatos tais como m- ou p-fenil-diisocianato, tolueno-2,4-diisocianato, tolueno-2,6-diisocianato, misturas destes isômeros de tolueno-diisocianato, hexametileno-1,6-diisocianato, tetrametileno-1,4-diisocianato, ciclo-hexano-1,4-diisocianato, hexa-hidro-tolueno-diisocianato  
20 (e isômeros), naftileno-1,5-diisocianato, 1-metil-fenil-2,4-fenil-diisocianato, 4,4'-bifenileno-diisocianato, 3,3'-dimetóxi-4,4'-bifenileno-diisocianato e 3,3'-dimetil-difenil-propano-4,4'-diisocianato; triisocianatos tal como tolueno-2,4,6-triisocianato e tetraisocianatos tal como 4,4'-dimetil-difenil-metano-2,2', 5,5'-tetraisocianato.

25 Poliisocianatos preferidos são difenil-metano-diisocianato (MDI) opcionalmente compreendendo seus homólogos possuindo uma funcionalidade de isocianato de 3 ou maior (tais diisocianatos compreendendo tais homólogos são conhecidos como MDI bruto ou MDI polimérico ou misturas de tal MDI bruto ou polimérico com MDI) e suas

variantes modificadas.

O difenil-metano-diisocianato (MDI) usado pode ser selecionado de 4,4'-MDI, 2,4'-MDI, misturas isoméricas de 4,4'-MDI e 2,4'-MDI e menos do que 10% em peso de 2,2'-MDI, e suas variantes modificadas 5 contendo grupos carbodiimida, uretonimina, isocianurato, uretano, alofanato, uréia e/ou biureto. Preferidos são 4,4'-MDI, misturas isoméricas de 4,4'-MDI e 2,4'-MDI e menos do que 10% em peso de 2,2'-MDI e MDI modificado com uretonimina e/ou com carbodiimida possuindo um teor de NCO de pelo 10 menos 20% em peso e preferivelmente de pelo menos 25% em peso e MDI modificado com uretano obtido pela reação de MDI em excesso e poliol possuindo um peso molecular de no máximo 1.000 e possuindo um teor de NCO de pelo menos 20% em peso e preferivelmente de pelo menos 25% em peso.

Difenil-metano-diisocianato compreendendo homólogos 15 possuindo uma funcionalidade isocianato de 3 ou maior são denominados de MDI bruto ou polimérico.

MDI bruto ou polimérico são bem conhecidos na técnica. São preparados pela fosgenação de uma mistura de poliaminas obtidas pela condensação ácida de anilina e formaldeído. A preparação tanto de misturas 20 de poliamina quanto de misturas de poliisocianato é bem conhecida. A condensação de anilina com formaldeído na presença de ácidos fortes tal como ácido clorídrico dá um produto de reação contendo diamino-difenil-metano junto com polimetileno-polifenileno-poliaminas de funcionalidade superior, a precisa composição dependendo, dentre outras coisas na maneira 25 conhecida, da razão de anilina / formaldeído. Os poliisocianatos são preparados pela fosgenação de misturas de poliamina e as várias proporções de diaminas, triaminas e poliaminas superiores dão proporções relacionadas de diisocianatos, triisocianatos e poliisocianatos superiores. As proporções relativas de diisocianato, triisocianato e poliisocianatos superiores em tais

composições de MDI bruto ou polimérico determinam a funcionalidade média das composições, que é o número médio de grupos isocianato por molécula. Pela variação das proporções de materiais iniciais, a funcionalidade média das composições de poliisocianato pode ser variada de pouco mais de 5 2 a 3 ou até mesmo mais. Na prática, entretanto, a funcionalidade isocianato média preferivelmente varia de 2,3-2,8. O índice de NCO de tal MDI bruto ou polimérico é pelo menos de 30% em peso. O MDI bruto ou polimérico contém difenil-metano-diisocianato, o restante sendo polimetileno-polifenileno-poliisocianatos de funcionalidade maior do que dois junto com 10 subprodutos formados na preparação de tais poliisocianatos por fosgenação de poliaminas. Também podem ser usadas outras variantes modificadas de tal MDI bruto ou polimérico compreendendo grupos carbodiimida, uretonimina, 15 isocianurato, uretano, alofanato, uréia e/ou biureto; são preferidas especialmente aquelas modificadas com uretonimina e/ou carbodiimida e aquelas modificadas com uretano. Misturas de poliisocianatos também podem ser empregadas.

A emulsificação de composto 2 em composto 1 é conduzida em temperatura elevada sob condições de alto cisalhamento. A temperatura é de 60-100°C, mais preferivelmente 70-95°C. A misturação de alto 20 cisalhamento de compostos 1 e 2 é conduzida por um período preferivelmente entre 10 minutos e 3 horas e mais preferivelmente entre 30 minutos e 2 ½ horas. Aquelas pessoas experientes na técnica serão capazes de formar condições de misturação de alto cisalhamento usando um misturador apropriado. De preferência a misturação é conduzida em um tal modo que a 25 eficiência de misturação é semelhante àquela ou melhor do que àquela obtida quando se usa um Silverson HX-30 special a 500 e mais revoluções por minuto e com maior preferência a 1.000 e mais revoluções por minuto. Os compostos 1 e 2 podem ser combinados em condições ambientais e subsequentemente aquecidos para a temperatura acima e submetidos à

misturação de alto cisalhamento. Preferivelmente o composto 1 e opcionalmente o composto 2 é pré-aquecido. Este pré-aquecimento de preferência é feito enquanto se mistura com alto cisalhamento o composto 1; como consequência também usando o calor gerado pela misturação de alto cisalhamento. Uma vez pré-aquecido o composto 1 é adicionado o composto 2 no mesmo; opcionalmente uma pequena quantidade adicional de composto 1 é adicionada. A adição de poliisocianato é gradual. Gradual neste contexto significa que o poliisocianato é adicionado durante um certo período de tempo prolongado de tal modo que o tempo entre a primeira e a última adição é de 1-100 horas, preferivelmente de 2-50 horas, com maior preferência de 2-20 horas, preferivelmente a adição de poliisocianato é conduzida em uma tal maneira que pelo menos 5% em peso da quantidade total de poliisocianato é adicionado durante os primeiros 10% do período de tempo e que pelo menos 5% em peso da quantidade total de poliisocianato é adicionado durante os últimos 10% do período de tempo; mas preferivelmente a adição é conduzida em uma velocidade constante (grama/minuto) com uma variância de 10% ou menor. A temperatura é mantida a 60-120°C, preferivelmente 80-110°C, simultaneamente mantendo condições de alto cisalhamento. Visto que a reação entre os ingredientes é exotérmica e visto que a misturação de alto cisalhamento gera calor algum controle de temperatura pode ser necessário; este pode ser realizado por resfriamento ou por desaceleração ou até mesmo por interrupção temporária da vazão de fluxo de poliisocianato ou de uma sua combinação.

Uma vez adicionado o poliisocianato a mistura é permitida reagir adicionalmente, ao mesmo tempo mantendo a temperatura e as condições de misturação por 10-120 minutos e preferivelmente 15-60 minutos. Finalmente, o produto de acordo com a invenção obtido é, se desejado, permitido esfriar para a temperatura ambiente após a descontinuação da misturação de alto cisalhamento. As quantidades relativas

de composto 1, de composto 2 e de poliisocianato depende da quantidade de material particulado desejada e dos ingredientes específicos escolhidos. Visto que o composto 1 e o composto 2 são ambos reativos a poliisocianato, embora o composto 2 seja mais reativo do que o composto 1, é preferido o uso do composto 2 em uma quantidade tal que o número total de hidrogênios reativos a isocianato na quantidade de composto 2 a ser utilizada exceda o número total de grupos isocianato na quantidade de poliisocianato empregada, preferivelmente o número de hidrogênios reativos a isocianato no composto 2 seja de 10-200 e com maior preferência 25-100% maior do que o número de grupos isocianato.

Embora um catalisador possa ser empregado, isto preferivelmente não é realizado. O processo pode ser conduzido no modo em batelada, semi-contínuo ou contínuo. Quando o processo é conduzido no modo em batelada a quantidade total de composição de poliol compreendendo material particulado feita por batelada é preferivelmente de pelo menos 10 kg e com maior preferência de pelo menos 25 kg visto que as vantagens do processo de acordo com presente invenção são particularmente notáveis quando são preparadas tais bateladas maiores. O composto 1, opcionalmente pode compreender uma quantidade pequena de poliol de PIPA previamente preparado, a quantidade sendo tal que a quantidade de material particulado é de 0,1-10, preferivelmente de 0,5-5% em peso.

Quando foram usados o MDI acima mencionado, MDI bruto ou polimérico ou suas variantes modificadas, foi surpreendente verificar que o processo de acordo com presente invenção acarreta polióis de PIPA possuindo uma viscosidade baixa, isto é uma viscosidade de 5.000-25.000 mPa.s a 25°C, em um alto teor de material particulado, isto é de 40-80% em peso e preferivelmente de 40-70% em peso.

Portanto a presente invenção refere-se em adição a uma composição de poliol compreendendo material particulado na forma

dispersada e em uma quantidade de 40-80% em peso calculada sobre a composição total, esta composição possuindo uma viscosidade de 5.000-25.000 mPa.s a 25°C e o material particulado compreendendo produtos de reação de um composto reativo a isocianato compreendendo uma pluralidade 5 de grupos hidroxila, amina primária e/ou amina secundária e possuindo um peso equivalente de até 400 e de difenil-metano-diisocianato opcionalmente compreendendo seus homólogos possuindo funcionalidade isocianato de 3 ou maior e/ou variantes modificadas de tais poliisocianatos. Espumas preparadas de um tal poliol de PIPA mostram uma deformação por compressão 10 surpreendentemente melhor do que as espumas feitas de polióis de PIPA baseados em tolueno-diisocianato.

Exemplo

Ingredientes usados: poliol Daltocel F-428 (1.124 kg) (Daltocel é uma marca comercial de Huntsman ICI Chemicals LLC; Daltocel-15 F-428 é um poliéster poliol obtidível na Huntsman Polyurethanes); 380 kg de trietanol amina (99% pura, TELA) e 678 kg de poliisocianato Suprasec 2020 (obtido na Huntsman Polyurethanes, Suprasec é uma marca comercial da Huntsman ICI Chemicals LLC).

O poliol foi aquecido para 45°C. 1.000 l de poliol foram 20 submetidos à misturação de alto cisalhamento e aquecidos para 85°C. Misturação de alto cisalhamento foi interrompida e o restante de poliol e a TELA foram adicionados separadamente. Misturação de alto cisalhamento foi iniciada novamente e a mistura foi aquecida para 82°C ao mesmo tempo formando a emulsão de TELA no poliol. O tempo entre o reinício da 25 misturação de alto cisalhamento e para a mistura alcançar a temperatura de 82°C foi de 45 minutos.

A adição de poliisocianato foi iniciada então e a mistura foi esfriada de tal modo que a temperatura não excedesse 100°C; o poliisocianato foi adicionado em uma velocidade de 1,35 litro/minuto. Após a adição de

poliisocianato a batelada foi permitida reagir por outros 30 minutos simultaneamente mantendo a temperatura entre 82 e 100°C. Então a misturação de alto cisalhamento foi descontinuada e a batelada foi permitida esfriar para a temperatura ambiente. A misturação de alto cisalhamento foi 5 conduzida com um Silverson HX-30 special a 1.460 revoluções por minuto. Um poliol de acordo com a presente invenção foi obtido possuindo cerca de 50% em peso de material particulado dispersado no mesmo. A viscosidade deste poliol de PIPA foi de 15.000 mPa.s a 25°C.

Espumas de poliuretano flexíveis têm sido preparadas com 10 este poliol de PIPA; as espumas mostrando boas propriedades, especialmente propriedades de suporte de carga e propriedades de deformação por compressão.

## REIVINDICAÇÕES

1. Processo para a preparação de um poliol de PIPA compreendendo material particulado na forma dispersada, a quantidade de material particulado sendo de 30-80% calculada sobre a composição total,  
5 caracterizado pelo fato de que:

- um composto reativo a isocianato compreendendo uma pluralidade de grupos hidroxila, amina primária e/ou amina secundária e possuindo um peso equivalente de até 400 é emulsificado em um poliol, possuindo um peso equivalente de 1.000-5.000 e uma funcionalidade hidroxila nominal média de 2-6, em uma temperatura de 60-100°C sob condições de misturação de alto cisalhamento.
- um poliisocianato é gradualmente adicionado na emulsão assim formada ao mesmo tempo mantendo a temperatura entre 60-120°C  
10 e simultaneamente mantendo condições de alto cisalhamento,
- a mistura reacional, obtida após toda a adição de poliisocianato, é permitida reagir adicionalmente por um período de tempo de 10 minutos - 2 horas ao mesmo tempo mantendo a temperatura entre 60-120°C,  
15
- a misturação de alto cisalhamento é descontinuada, e opcionalmente
- o poliol assim obtido e compreendendo o material particulado em uma quantidade de 30-80% em peso na forma dispersada é resfriado para a temperatura ambiente.  
20

25 2. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o poliol é um poliéter poliol.

3. Processo de acordo com a reivindicação 1 ou 2,  
caracterizado pelo fato de que o composto reativo a isocianato é uma alanolamina na qual os grupos alanol possuem 2-6 átomos de carbono.

4. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, caracterizado pelo fato de que o composto reativo a isocianato é trietanolamina.

5. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 4, 5 caracterizado pelo fato de que o poliisocianato é um difenilmetano diisocianato opcionalmente compreendendo seus homólogos possuindo uma funcionalidade isocianato de 3 ou maior e/ou variantes modificadas de tais poliisocianatos.

10 6. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 5, caracterizado pelo fato de que a quantidade de material particulado é de 40-70% em peso.

15 7. Composição de poliol de PIPA, caracterizada pelo fato de que compreende material particulado na forma dispersada e em uma quantidade de 40-80% em peso calculada sobre a composição total, esta composição possuindo uma viscosidade de 5.000-25.000 mPa.s a 25°C e o material particulado compreendendo produtos de reação de um alanol amina compreendendo uma pluralidade de grupos hidroxila, amina primária e/ou amina secundária e possuindo um peso equivalente de até 400 e que os grupos alanol têm 2 a 6 átomos de carbono e de difenilmetano diisocianato opcionalmente compreendendo seus homólogos e possuindo funcionalidade isocianato de 3 ou maior e/ou variantes modificadas de tais poliisocianatos.

20 8. Composição de poliol de acordo com a reivindicação 7, caracterizada pelo fato de que a quantidade de material particulado é de 40-70% em peso.

25 9. Composição de poliol de acordo com a reivindicação 7 ou 8, caracterizada pelo fato de que o poliol é um poliéster poliol.

10. Composição de poliol de acordo com qualquer uma das reivindicações 7 a 9, caracterizada pelo fato de que o composto reativo a isocianato é uma alanolamina na qual os grupos alcanóis possuem 2-6 átomos de carbono.

RESUMO**"PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE UM POLIOL DE PIPA, E, COMPOSIÇÃO DE POLIOL DE PIPA"**

A presente invenção refere-se a um processo para a preparação de  
5 um poliol de PIPA compreendendo material particulado na forma dispersada e em  
uma quantidade de 30-80% em peso, em cujo processo um composto reativo a  
isocianato é emulsificado em um poliol, sob condições de misturação de alto  
cisalhamento, um poliisocianato é gradualmente adicionado na emulsão  
assim formada e a mistura reacional obtida é reagida por um período de  
10 tempo adicional de 10 minutos - 2 horas, obtendo-se o poliol.