

ROMANIA



(19) **OFICIUL DE STAT
PENTRU INVENȚII ȘI MĂRCI**
București

(11) **Nr. brevet: 111197 B**
(51) **Int.Cl.⁶ C 08 G 18/02**

BREVET DE INVENȚIE

Hotărârea de acordare a brevetului de invenție poate fi revocată
în termen de 6 luni de la data publicării

(21) Nr. cerere: **93-00899**

(61) Perfecționare la brevet:
Nr. -

(22) Data de depozit: **25.06.93**

(62) Divizată din cererea:
Nr. -

(30) Prioritate: -

(86) Cerere internațională PCT:
Nr. -

(41) Data publicării cererii:
30.12.94 BOPI nr. 12/94

(42) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului:
30.07.96 BOPI nr. 7/96

(87) Publicare internațională:
Nr. -

(45) Data eliberării și eliberării și publicării brevetului:
BOPI nr.

(56) Documente din stadiul tehnicii:
RO 103254

(71) Solicitant: **S.C. Institutul de Cercetări pentru Fibre Sintetice S.A., Săvinești, județul Neamț, RO**

(73) Titular: (71)

(72) Inventatori: **Cernea Dumitru, Toc Valer, Cernea Angela Dana, RO**

Mandatar: **A.G.V. - Agenție de Proprietate Industrială S.R.L., București, RO**

(54) **Procedeu de preparare a unui cauciuc poliuretanic**

7) Rezumat: Invenția se referă la un procedeu de preparare a unui cauciuc poliuretanic, de vârstă mică și elasticitate ridicată. Prin reacția între dibenzildiizocianat cu polietilenglicol- δ ipat, folosind un amestec de glicerină cu

trimetilol propan, ca alungitor de catenă, se obține un cauciuc poliuretanic, utilizat la obținerea pieselor turnate.

Revendicări: 2



Prezenta invenție se referă la un procedeu de preparare a unui cauciuc poliuretanic, utilizat la obținerea de piese turnate cu duritate redusă și elasticitate ridicată.

Sunt cunoscute diferite procedee de preparare a poliuretanilor cu duritate redusă și elasticitate mare, pe baza a diferite compoziții ce conduc la formarea polimerului. Astfel, se poate utiliza drept componentă de bază toluidendiizocianat (TDI), ca produs unitar, sau amestecuri ale izomerilor săi și anume 2,4 TDI/2,6 TDI, în general în proporție de 35/65 sau 20/80 și polioli de tipul polietilenglicoladipat cu masa moleculară de circa 2000, iar ca alungitori de catenă se utilizează produse de tipul 1,4-butandiol, 2,4-butandiol, glicoli, etc., sau amestecuri ale acestora.

De asemenea, sunt cunoscute procedee de preparare a poliuretanilor cu duritate redusă și elasticitate ridicată prin utilizarea difenilmetandiizocianatului (MDI) în locul TDI.

Se cunoaște o tehnologie de obținere a cauciucului poliuretanic pe bază de dibenzildiizocianat (DBDI) însă folosind această tehnologie se pot obține prin turnare numai piese cu duritate de peste 85° Sh.A, și alungirea la rupere între 300 și 600 %.

Procedeu, conform invenției, constă în aceea că în prima fază se prepară un prepolimer prin încălzirea la 100°C a polietilenglicoladipatului, urmată de adăugarea, sub amestecare continuă, a dibenzildiizocianatului cu încălzire până la 115°C, raportul în greutate între polietilenglicoladipat și dibenzildiizocianat fiind de 100 : 25 ... 30, apoi prepolimerul se supune unui vid de 5 ... 10 mmHg, timp de 15 min, se depresurizează și se termostatează la 112 ... 115°C, după care peste prepolimer se adaugă un amestec de glicerină și trimetilolpropan drept alungitor de catenă, încălzit în prealabil la 112 ... 115°C, sub agitare continuă, cu evitarea introducerii aerului în mediul de reacție. Poliuretanul obținut are o duritate de 20 ... 85°Sh.A, o elasticitate ridicată exprimată prin alungirea la rupere de peste 700%, o

rezistență la tracțiune de peste 250 daN/cm² și se utilizează la obținerea de piese turnate.

Proprietățile fizice și mecanice ale cauciucului poliuretanic obținut prin procedeu, conform invenției, constituie avantajele acestuia, deoarece o elasticitate mai mare a cauciucului și o duritate mai mică a sa permit obținerea de piese prin turnare care au aceste caracteristici fizico-mecanice.

Cauciucul poliuretanic, ce se obține prin procedeu conform invenției, se toarnă în matrițe sau forme special pregătite și termostatate la 115°C, în care se menține timp de 5 ... 6 h până când piesa ajunge la consistența necesară pentru a putea fi extrasă fără a fi deformată.

După extragerea din matriță sau formă, piesa obținută se tratează termic la 125 ... 130°C, timp de 24 h, într-o etuvă cu ventilator pentru obținerea proprietăților finale dorite.

Se prezintă, în continuare, 2 exemple de realizare a procedurii, conform invenției.

Exemplul 1. Într-un vas cilindric de turnare se introduc 100 g poli-etilenglicoladipat (PEGA) cu greutatea moleculară 2000, conținut de apă sub 0,05%, indice OH 55 ± 5 mg KOH/g probă, indice de aciditate maximum 2 mg KOH/g probă. Se așază vasul pe o plită electrică și se încălzește până la 100°C sub amestecarea ușoară a PEGA.

Se cântăresc separat 30 g dibenzildiizocianat (DBDI) având caracteristicile : puritate DBDI 97%, clor hidrolizabil maximum 70 ppm; aceasta se adaugă treptat peste cele 100 g PEGA, amestecându-se continuu până la topirea completă a DBDI, după care se continuă încălzirea până când temperatura amestecului ajunge la 115°C.

Se introduce vasul cu prepolimerul astfel obținut într-o autoclavă cu agitare, termostată la 115°C. Autoclava se vacumează la o presiune reziduală de 5 ... 10 mm Hg timp de 15 min.

După depresurizare, vasul de turnare cu produsul obținut se scoate din autoclavă și se termostatează la 112°C.

Într-un vas uscat se amestecă 3,33 g glicerină anhidră cu 0,65 g trimetilolpropan deshidratat și se încălzește la 112°C.

Amestecul glicerină - TMP astfel obținut se adaugă sub agitare peste prepolimerul din vasul de turnare. Amestecarea reactanților se face cu multă atenție pentru evitarea introducerii de aer, timp de 1 ... 1,5 min.

Amestecul astfel obținut se toarnă în matrițe sau forme speciale la 115°C, unde stă 5 ... 6 h, după care piesa formată se extrage, apoi se tratează termic 24 h la 125 ... 130°C, într-o etuvă cu ventilator.

Cauciucul poliuretanic, obținut prin procedeul descris în acest exemplu, are următoarele caracteristici :

- culoare : transparent, alb-gălbui;
- duritate : 62°Sh.A ;
- alungire la rupere: mai mare de 700 %.

Exemplul 2. Se lucrează la fel ca în exemplul 1, dar se folosesc 100 g PEGA, 25 g DBDI, 3,33 g glicerină și 0,15 g TMP. În acest fel se obține un cauciuc poliuretanic, util pentru obținerea de piese prin turnare, care are următoarele caracteristici :

- culoare: transparent, slab gălbui;
- duritate: 50°Sh.A ;
- alungire la rupere: peste 700 %
- densitate: 0,2 g/cm³ ;
- rezistența la rupere: peste 250

daN/cm²

Revendicări

1. Procedeul de preparare a unui cauciuc poliuretanic cu duritate mică și elasticitate mare, **caracterizat prin aceea că** în prima fază se prepară un prepolimer prin încălzire la 100°C a polietilenglicoladipatului, urmată de adăugarea, sub amestecare continuă, a dibenzildiizocianatului cu încălzire până la 115°C, raportul în greutate între polietilenglicoladipat și dibenzildiizocianat fiind de 100 : 25 ... 30, apoi prepolimerul se supune unui vid de 5 ... 10 mm Hg, timp de 15 min, se depresurizează și se termostatează la 112 ... 115°C, după care peste prepolimer se adaugă un amestec de glicerină și trimetilolpropan drept alungitor de catenă, încălzit în prealabil la 112 ... 115°C, sub agitare continuă, cu evitarea introducerii de aer în mediul de reacție.

2. Procedeul de preparare a unui cauciuc poliuretanic, conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că** poliuretanul obținut are o duritate de 20 ... 85°Sh.A, o elasticitate ridicată exprimată prin alungirea la rupere de peste 700 %, o rezistență la tracțiune de peste 250 daN/cm² și se utilizează la obținerea de piese turnate.

Președintele comisiei de examinare: **ing. Barbu Mara**

Examinator: **ing. Pușcaș Corina**