



(12) FASCICULE DE BREVET

- (11) N° de publication : **MA 35040 B1**
- (43) Date de publication : **03.04.2014**
- (51) Cl. internationale :
**C08J 9/14; C08G 18/76;
C08G 18/09; B32B 27/40;
C08G 18/40; C08G 18/42;
C08G 18/48; C08G 18/50;
C08G 18/32; C08G 18/66**

-
- (21) N° Dépôt :
36327
- (22) Date de Dépôt :
10.10.2013
- (30) Données de Priorité :
15.04.2011 EP 11162679.2
- (86) Données relatives à l'entrée en phase nationale selon le PCT :
PCT/EP2012/056485 11.04.2012
- (71) Demandeur(s) :
BASF SE, 67056 Ludwigshafen (DE)
- (72) Inventeur(s) :
TOMOVIC, Zeljko ; JACOBMEIER, Olaf ; KAMPF, Gunnar
- (74) Mandataire :
CABINET CHARDY

(54) Titre : **PROCÉDÉ DE FABRICATION DE MOUSSES DE POLYURÉTHANE DURES**

- (57) Abrégé : Procédé de fabrication de mousses de polyuréthane dures par mise en réaction de a) polyisocyanates organiques avec b) des composés comportant au moins deux atomes d'hydrogène réactifs avec des groupes isocyanate en présence c) d'agents d'expansion, d) de catalyseurs et éventuellement e) d'auxiliaires et d'additifs, selon lequel on utilise, en tant que composant polyol b), un mélange comprenant b1) 20 à 60 parties en poids d'un ou de plusieurs alcools de polyéther hautement fonctionnels présentant des fonctionnalités de 3,5 à 5,5 et un indice d'hydroxyle de 400 à 550 mg KOH/g, b2) 1 à 20 parties en poids d'un ou de plusieurs alcools de polyéther à base d'amines aliphatiques présentant des fonctionnalités de 3,5 à 4,5 et un indice d'hydroxyle de 450 à 900 mg KOH/g, b3) 10 à 30 parties en poids d'un ou de plusieurs alcools de polyéther et/ou alcools de polyester aromatiques présentant des fonctionnalités de 1,5 à 3 et un indice d'hydroxyle de 150 à 450 mg KOH/g, et b4) éventuellement 1 à 5 parties en poids d'eau. Le composant polyol b) selon l'invention présente une bonne stabilité au stockage et les mousses de polyuréthane dures

obtenues se caractérisent par de bonnes propriétés superficielles, un bon durcissement et une bonne adhésion.

ABREGE

Procédé de fabrication de mousses de polyuréthane dures par mise en réaction de a) polyisocyanates organiques avec b) des composés comportant au moins deux atomes d'hydrogène réactifs avec des groupes isocyanate en présence c) d'agents d'expansion, d) de catalyseurs et éventuellement e) d'auxiliaires et d'additifs, selon lequel on utilise, en tant que composant polyol b), un mélange comprenant b1) 20 à 60 parties en poids d'un ou de plusieurs alcools de polyéther hautement fonctionnels présentant des fonctionnalités de 3,5 à 5,5 et un indice d'hydroxyle de 400 à 550 mg KOH/g, b2) 1 à 20 parties en poids d'un ou de plusieurs alcools de polyéther à base d'amines aliphatiques présentant des fonctionnalités de 3,5 à 4,5 et un indice d'hydroxyle de 450 à 900 mg KOH/g, b3) 10 à 30 parties en poids d'un ou de plusieurs alcools de polyéther et/ou alcools de polyester aromatiques présentant des fonctionnalités de 1,5 à 3 et un indice d'hydroxyle de 150 à 450 mg KOH/g, et b4) éventuellement 1 à 5 parties en poids d'eau. Le composant polyol b) selon l'invention présente une bonne stabilité au stockage et les mousses de polyuréthane dures obtenues se caractérisent par de bonnes propriétés superficielles, un bon durcissement et une bonne adhésion.

(P.V. 36327)

TRENTE SIXIÈME ET DERNIÈRE FEUILLE
RABAT, le 10-10-2013

TRADUIT DE L'ANGLAIS

01 AVR 2014

BASF SE

PF 0000071898 SE/Kes

5

Procédé de fabrication de mousses de polyuréthane dures

Description

10

L'invention concerne un procédé de fabrication de mousses de polyuréthane dures et des mousses de polyuréthane dures produites par le procédé de l'invention et également un composant polyol.

15

Les mousses de polyuréthane dures sont connues depuis longtemps et ont été largement décrites. Les mousses de polyuréthane dures sont utilisées principalement pour l'isolation thermique, par exemple dans les appareils de réfrigération, les moyens de transport ou les bâtiments et pour la fabrication d'éléments de construction, en particulier les éléments sandwich.

20

25

Un domaine important d'utilisation de mousses de polyuréthane dures est les éléments composites. La production d'éléments composites constitués, en particulier, de couches de recouvrement métalliques et une âme de mousses à base d'isocyanates, en général les mousses de polyuréthane (PUR) ou de polyisocyanurate (PIR), souvent désignés également par éléments sandwich, fonctionnant en continu sur des installations à double bande est actuellement

30

pratiquée sur une grande échelle. Outre les éléments sandwich pour l'isolation de chambres froides, les éléments ayant des couches de recouvrement colorées sont de plus en plus importants pour la construction des façades d'une variété de bâtiments. Outre les feuilles d'acier revêtues, les feuilles d'acier inoxydable, les feuilles de cuivre ou les feuilles d'aluminium sont utilisées comme couches de recouvrement.

Il est important que les mousses de polyuréthane dures remplissent les espaces creux de manière uniforme et sans vides, de sorte qu'une très bonne liaison aux couches de recouvrement donne une construction stable qui assure une bonne isolation thermique. Pour éviter les défauts de la mousse, le mélange réactionnel de PU moussable doit être introduit dans un court laps de temps dans l'espace creux à isoler. Des machines à basse pression ou de préférence à haute pression sont généralement utilisées pour combler ces articles avec de la mousse.

Une vue d'ensemble sommaire de la fabrication de mousses de polyuréthane dures et leur utilisation comme couche de recouvrement ou couche d'âme dans des éléments composites ainsi que leur utilisation en tant que couche isolante dans l'ingénierie de réfrigération ou de chauffage peut être trouvée, par exemple, dans "Polyurethane", Kunststoff-Handbuch, volume 7, 3è édition 1993, édité par Dr. Günter Oertel, Carl-Hanser-Verlag, Munich/Vienne.

Les mousses de polyuréthane dures appropriées peuvent être

5 fabriquées d'une manière connue en faisant réagir des polyisocyanates organiques avec un ou plusieurs composés ayant au moins deux atomes d'hydrogène réactifs, en présence d'agents gonflants, de catalyseurs et éventuellement d'adjuvants et/ou d'additifs.

10 Comme composés ayant au moins deux atomes d'hydrogène qui sont réactifs par rapport aux groupes isocyanate, la préférence est donnée à l'utilisation de polyéther alcools et/ou de polyester alcools pour la production des polyuréthanes. Le choix de polyols est fait, en particulier, sur la base des coûts et des propriétés d'usage souhaitées (p.ex. EP-A 1 632 511, US-B. 6,495,722, WO 2006/108833).

15 Cependant, les propriétés de surface des mousses de polyuréthane dures connues sont encore capables d'amélioration, en particulier dans la production d'éléments composites puisque ces propriétés ont une influence substantielle sur l'adhérence des couches de recouvrement à la mousse. Dans
20 la fabrication de mousses par le procédé de pulvérisation de mousse, également, une bonne surface est d'une grande importance.

25 Les documents EP 0 728 783 A1, EP 0 826 708 A1 et WO 2010/106067 décrivent des procédés pour la fabrication de mousses de PU dures, dans lesquels le composant polyol comprend de l'huile de ricin. L'huile de ricin peut être avantageuse pour les propriétés de surface de la mousse. D'autre part, l'huile de ricin peut en présence d'eau
30 conduire, en raison d'une séparation de phase, à

l'instabilité du composant polyol, ce qui peut conduire à des problèmes dans le traitement. L'eau est souvent utilisée comme agent gonflant peu coûteux et respectueux de l'environnement dans le composant polyol. Un inconvénient du procédé décrit dans le document EP 0 826 708 A1 est la viscosité élevée du composant polyol et aussi la très mauvaise adhérence des mousses de PU dures formées. Les mousses de PU dures produites par le procédé décrit dans le document EP 0 728 783 A1 sont également encore susceptibles d'amélioration en ce qui concerne leurs propriétés de surface et leur adhérence. Les mousses de PU dures fabriquées comme décrit dans le document WO 2010/106067 A1 révèlent une bonne adhérence et une bonne surface, mais sont encore perfectibles en ce qui concerne la stabilité pendant le stockage du composant polyol dans le cas d'assez grandes quantités d'eau (> 1,5 parties en poids).

Il est par conséquent un objet de l'invention de développer un procédé de fabrication de mousses de polyuréthane dures qui conduit à des mousses présentant une bonne adhérence, un bon durcissement et une bonne qualité de surface et dont le composant polyol a une bonne stabilité au stockage et donc de bonnes propriétés de traitement.

L'objet a étonnamment été en mesure d'être réalisé par un procédé pour la préparation de mousses de polyuréthane dures par la réaction

- a) de polyisocyanates organiques avec
- b) des composés ayant au moins deux atomes d'hydrogène

qui sont réactifs par rapport aux groupes isocyanate en présence

- c) d'agents gonflants,
- d) de catalyseurs et le cas échéant,
- 5 e) d'adjuvants et d'additifs,

dans lequel un mélange de

- 10 b1) de 20 à 60 parties en poids d'un ou plusieurs alcools de polyéther à fonctionnalité élevée ayant des fonctionnalités de 3,5 à 5,5 et un indice d'hydroxyle de 400 à 550 mg de KOH/g,
- 15 b2) de 1 à 20 parties en poids d'un ou plusieurs alcools de polyéther à base d'amines aliphatiques et ayant des fonctionnalités de 3,5 à 4,5 et un indice d'hydroxyle de 450 à 900 mg de KOH/g,
- 20 b3) de 10 à 30 parties en poids d'un ou plusieurs alcools de polyéther et/ou des alcools de polyester aromatiques ayant des fonctionnalités de 1,5 à 3 et un indice d'hydroxyle de 150 à 450 mg de KOH/g, et
- b4) éventuellement de 1 à 5 parties en poids d'eau

est utilisé en tant que composant b).

25 Le total des parties en poids de b1) à b4) du composant polyol b) par définition ne dépasse pas 100 parties en poids. Le composant polyol b) peut également comprendre des catalyseurs, des stabilisants et des adjuvants et des additifs usuels.

30

L'indice d'hydroxyle est déterminé selon la norme DIN 53240.

5 L'invention concerne en outre le composant polyol b) comprenant un mélange de

10 b1) de 20 à 60 parties en poids d'un ou plusieurs alcools de polyéther à fonctionnalité élevée ayant des fonctionnalités de 3,5 à 5,5 et un indice d'hydroxyle de 400 à 550 mg de KOH/g,

b2) de 1 à 20 parties en poids d'un ou plusieurs alcools de polyéther à base d'amines aliphatiques et ayant des fonctionnalités de 3,5 à 4,5 et un indice d'hydroxyle de 450 à 900 mg de KOH/g,

15 b3) de 10 à 30 parties en poids d'un ou plusieurs alcools de polyéther et/ou des alcools de polyester aromatiques ayant des fonctionnalités de 1,5 à 3 et un indice d'hydroxyle de 150 à 450 mg de KOH/g, et

20 b4) éventuellement de 1 à 5 parties en poids d'eau.

En ce qui concerne les composants individuels utilisés dans le procédé de l'invention et pour le composant polyol b) de l'invention, on peut dire ce qui suit:

25 a) Les polyisocyanates organiques possibles sont les isocyanates polyfonctionnels aliphatiques, cycloaliphatiques, araliphatiques et de préférence aromatiques connus en tant que tels.

30 Des exemples spécifiques sont: les diisocyanates d'alkylène

ayant de 4 à 12 atomes de carbone dans le radical alkylène, par exemple, le 1,12-diisocyanate de dodécane, le 2-éthyl-tétraméthylène 1,4-diisocyanate, le 2- méthylpentaméthylène 1,5-diisocyanate, le tétraméthylène 1,4-diisocyanate, et de
5 préférence l'examéthylène 1,6-diisocyanate; les diisocyanates cycloaliphatiques, par exemple, le cyclohexane 1,3- et 1,4-diisocyanate ainsi que des mélanges quelconques de ces isomères, le 1-isocyanato-3,3,5-triméthyl-5-iso-
10 cyanatométhylcyclohexane (isophorone diisocyanate), l'hexahydrotolylène 2,4- et 2,6-diisocyanate ainsi que les mélanges d'isomères correspondants, le dicyclohexylméthane 4,4'-, 2,2'- et 2,4'-diisocyanate ainsi que les mélanges d'isomères correspondants, et de préférence les diisocyanates et les polyisocyanates aromatiques, par exemple,
15 le tolylène 2,4- et 2,6-diisocyanate et les mélanges d'isomères correspondants, le diphénylméthane 4,4'-, 2,4'- et 2,2'-diisocyanate et les mélanges d'isomères correspon-
dants, les mélanges de diphénylméthane 4,4'- et 2,4'- diisocyanate, les polyphénylpolyméthylène polyisocyanates,
20 les mélanges de diphénylméthane 4,4'-, 2,4'- et les 2,2'- diisocyanates et les polyphénylpolyméthylène polyisocya-
nates (MDI brut) et les mélanges de MDI brut et de diiso-
cyanates de tolylène. Les diisocyanates et les polyiso-
cyanates organiques peuvent être utilisés individuellement
25 ou sous la forme de leurs mélanges.

L'utilisation est également souvent réalisée en isocyanates polyfonctionnels modifiés, c'est-à-dire des produits qui
sont obtenus par réaction chimique de diisocyanates et/ou
30 de polyisocyanates organiques. On peut citer à titre

d'exemples les diisocyanates et/ou les polyisocyanates comprenant l'ester, l'urée, le biuret, l'allophanate, le carbodiimide, l'isocyanurate, l'uretdione et/ou les groupes uréthane.

5

Des exemples spécifiques sont les suivants: de préférence les polyisocyanates organiques comprenant des groupes uréthane et ayant des teneurs en NCO de 33,6 à 15% en poids, de préférence de 31 à 21% en poids, par rapport au poids total, par exemple des produits de réaction de diols, triols, dialkylèneglycols, trialkylèneglycols ou polyoxyalkylèneglycols de faible poids moléculaire, et ayant des poids moléculaires jusqu'à 6000, en particulier des poids moléculaires jusqu'à 1500, le diphénylméthane-4,4'-diisocyanate modifié, les mélanges de diphénylméthane-4,4'- et 2,4'-diisocyanate modifiés, ou le MDI brut modifié ou le tolylène 2,4- ou 2,6-diisocyanate, avec des exemples de dialkylèneglycols ou de polyoxyalkylèneglycols, qui peuvent être utilisés individuellement ou en mélanges, soit: le diéthylèneglycol, le dipropylèneglycol, le polyoxyéthylène, le polyoxypropylène et les polyoxypropylène-polyoxyéthylène glycols, les triols et/ou les tétrols. Sont également appropriés les prépolymères contenant des groupes NCO et ayant des teneurs en NCO de 25 à 3,5% en poids, de préférence de 21 à 14% en poids, par rapport au poids total, et préparés à partir des polyester polyols et/ou de préférence des polyéther polyols décrits ci-dessous et le diphénylméthane-4,4'-diisocyanate, des mélanges de diphénylméthane-2,4'- et 4,4'-diisocyanate, le tolylène 2,4- et/ou 2,6-diisocyanate ou le MDI brut.

30

5 Les polyisocyanates liquides contenant des groupes carbodiimide et/ou des cycles isocyanurate et ayant des teneurs en NCO de 33,6 à 15% en poids, de préférence de 31 à 21% en poids, par rapport au poids total, par exemple, des composés à base de diphénylméthane 4,4'-, 2,4'- et/ou 2,2'-diisocyanate et/ou de tolylène 2,4- et/ou 2,6-diisocyanate, ont également été jugés utiles.

10 Les polyisocyanates modifiés peuvent éventuellement être mélangés entre eux ou avec des polyisocyanates organiques non modifiés tels que le diphénylméthane 2,4'-, 4,4'-diisocyanate, le MDI brut, le tolylène 2,4- et/ou 2,6-diisocyanate.

15 Les polyisocyanates suivants ont été jugés particulièrement utiles et sont utilisés de préférence: des mélanges de tolylènediisocyanates et de MDI brut ou des mélanges de polyisocyanates organiques modifiés contenant des groupes uréthane et ayant une teneur en NCO de 33,6 à 15% en poids, en particulier ceux à base de tolylènediisocyanates, 20 diphénylméthane-4,4'-diisocyanate, mélanges d'isomères de diphénylméthane diisocyanate ou de MDI brut et en particulier de MDI brut ayant une teneur en isomères de diphénylméthane diisocyanate de 25 à 80% en poids, de 25 préférence de 30 à 55% en poids.

30 b) Les polyéther polyols b1), b2) et b3) utilisés sont préparés selon des procédés connus, par exemple à partir d'un ou plusieurs oxydes d'alkylène ayant de 2 à 4 atomes de carbone dans le radical alkylène par polymérisation

anionique en utilisant des hydroxydes de métaux alcalins tels que le méthylate de sodium, l'éthoxyde de sodium ou de potassium ou l'isopropoxyde de potassium en tant que catalyseurs avec l'addition d'au moins une molécule de départ comprenant de 2 à 8, de préférence de 2 à 6 atomes d'hydrogène réactif sous forme liée ou par polymérisation cationique en utilisant des acides de Lewis tels que le pentachlorure d'antimoine, l'éthérate de fluorure de bore, etc, ou de la terre décolorante en tant que catalyseurs. Il est également possible d'utiliser des composés de cyanure polymétalliques, connus sous le nom de catalyseurs DMC. Des amines tertiaires telles que la triéthylamine, la tributylamine, la triméthylamine, la diméthyléthanolamine et/ou la diméthylcyclohexylamine peuvent également être utilisées en tant que catalyseurs.

Les oxydes d'alkylène appropriés pour la préparation des polyéther polyols b1), b2) et b3) sont, par exemple, l'oxyde d'éthylène, l'oxyde de 1,2-propylène, l'oxyde de 1,3-propylène, l'oxyde de 1,2- ou 2,3-butylène, le tétrahydrofurane, l'oxyde de styrène, de préférence l'oxyde d'éthylène et l'oxyde de 1,2-propylène. Les oxydes d'alkylène peuvent être utilisés individuellement, alternativement en succession ou en tant que mélanges.

Les molécules de départ possibles pour les alcools de polyéther b1), b2) et b3) utilisées selon l'invention sont les composés suivants:

b1) L'utilisation est faite, en particulier, de composés

à haute fonctionnalité contenant de l'hydroxyle, en particulier les sucres, les amidons ou la lignine, comme substances de départ. Le glucose, le saccharose et le sorbitol sont d'importance pratique particulière ici. Étant donné
5 que ces composés sont présents sous forme solide dans les conditions de réaction habituelles d'alcoxylation, il est généralement d'usage d'alkoxyler ces composés avec des co-amorceurs. Les co-amorceurs appropriés sont, en particulier, l'eau et les alcools polyfonctionnels inférieurs,
10 par exemple le glycérol, le triméthylolpropane, le pentaérythritol, l'éthylène glycol, le diéthylène glycol, le propylène glycol et les homologues de ceux-ci.

b2) Les molécules de départ utilisées sont, en particulier, l'ammoniac, les amines aliphatiques polyfonctionnelles, en particulier celles comportant de 2 à 6 atomes de carbone et les groupes amino primaires et secondaires, et également les aminoalcools ayant de 2 à 6 atomes de carbone dans la chaîne principale. La préférence est donnée à
15 l'utilisation de l'éthylènediamine, des monoalkyléthylènediamines, de la 1,3-propylènediamine et également des différentes butylènediamines et hexaméthylènediamines; et l'éthanolamine, la diéthanolamine et la triéthanolamine
20 comme aminoalcools.

b3) De l'eau et/ou des alcools bi- ou trifonctionnels de faible poids moléculaire sont utilisés comme substances de départ. En particulier, les alcools linéaires ou ramifiés ayant de 2 à 12 atomes de carbone, en particulier ceux
30 comportant de 2 à 6 atomes de carbone dans la chaîne prin-

5 cipale, sont utilisés. Les composés utilisés de préférence comme substances de départ sont l'eau et, par exemple, le glycérol, le triméthylolpropane, l'éthylène glycol, le propylène glycol, le diéthylène glycol, le dipropylène glycol, le 1,4- butanediol, le pentaérythritol, le 1,6-hexanediol et les homologues de ceux-ci.

10 L'alcool de polyester b3) est généralement préparé par la réaction des acides carboxyliques aromatiques et/ou leurs dérivés, en particulier les esters et les anhydrides, avec des alcools. Les acides carboxyliques et/ou les alcools, tous deux de préférence, sont polyfonctionnels. Les acides carboxyliques aromatiques ou leurs anhydrides sont, en
15 particulier, choisis parmi le groupe consistant en acide téréphtalique, acide phtalique et anhydride phtalique, particulièrement de préférence anhydride phtalique.

20 L'alcool de polyester b3) peut également être préparé en utilisant des esters d'acides carboxyliques aromatiques, en particulier ceux choisis dans le groupe constitué de polyéthylène téréphtalate et de diméthyle téréphtalate. Le polyéthylène téréphtalate peut être un produit de recyclage, en particulier à partir du recyclage de bouteilles de
25 boissons.

30 L'alcool de polyester b3) est particulièrement préparé de préférence en utilisant des mélanges d'acides carboxyliques et des dérivés de ceux-ci qui contiennent au moins 50% en poids, sur la base du poids des acides carboxyliques, d'acide téréphtalique. Dans un mode de réalisation préféré

de l'invention, l'acide téréphtalique est exclusivement utilisé en tant qu'acide carboxylique.

5 Outre les acides carboxyliques mentionnés ci-dessus et les dérivés de ceux-ci, il est également possible d'utiliser les autres acides carboxyliques polyfonctionnels connus, par exemple les acides carboxyliques aliphatiques tels que l'acide adipique et l'acide succinique. Toutefois, leur teneur doit être inférieure à 50% en poids, sur la base du
10 poids des acides carboxyliques.

Comme matériaux de départ additionnels dans la préparation des alcools de polyester b3), il est également possible de faire l'utilisation concomitante de matériaux hydrophobes.
15 Les matériaux hydrophobes sont les matériaux insolubles dans l'eau qui comprennent un radical organique non polaire et ont également au moins un groupe réactif choisi parmi l'hydroxyle, l'acide carboxylique, l'ester carboxylique et leurs mélanges. Le poids équivalent des matériaux hydro-
20 phobes est dans les marges de 130 à 1000 g/mol. Il est possible d'utiliser, par exemple, les acides gras tels que l'acide stéarique, l'acide oléique, l'acide palmitique, l'acide laurique ou l'acide linoléique ainsi que les graisses et les huiles telles que l'huile de ricin, l'huile
25 de maïs, l'huile de tournesol, l'huile de soja, l'huile de noix de coco, l'huile d'olive ou l'huile de tall. Si les alcools de polyester comprennent des matériaux hydrophobes, la proportion des matériaux hydrophobes dans la teneur totale en monomères de l'alcool de polyester est de
30 préférence de 1 à 30% en moles, de manière particulièrement

préférée de 4 à 15% en moles.

5 Comme alcools pour la préparation des alcools de polyester
b3), l'utilisation est généralement faite d'alcools bifonctionnels tels que le (mono)éthylène glycol, le diéthylène glycol, le polyéthylène glycol, le propylène glycol, le 1,3-propanediol, le 1,4-butanediol, le 1,5-pentanediol, le 1,6-hexanediol, le 2-méthyl-1,3-propanediol, le 3-méthyl-1,5-pentanediol, mais également d'alcools polyfonctionnels
10 tels que le glycérol, le triméthylolpropane, le pentaérythritol et les alkoxyates de ceux-ci, en particulier leurs éthoxyates. La préférence est donnée au (mono)éthylène glycol et/ou au diéthylène glycol.

15 Les alcools de polyester b3) utilisés ont de préférence des fonctionnalités de 1,5 à 2,5 et un indice d'hydroxyle de 170 à 250 mg de KOH/g, de manière particulièrement préférée des fonctionnalités de 1,7 à 2,3 et un indice d'hydroxyle de 180 à 220 mg de KOH/g.

20 Il est possible d'utiliser un ou plusieurs alcools de polyéther et/ou des alcools de polyester aromatiques comme b3). La préférence est donnée à l'utilisation d'un ou plusieurs alcools de polyéther.

25 Les alcools de polyéther b1) ont de préférence des fonctionnalités de 3,7 à 5,2 et un indice d'hydroxyle de 400 à 520 mg de KOH/g et de manière particulièrement préférée des fonctionnalités de 3,9 à 5 et un indice d'hydroxyle de 400
30 à 500 mg de KOH/g et de manière tout particulièrement

préférée des fonctionnalités de 4 à 4,5 et un indice d'hydroxyle de 450 à 500 mg de KOH/g.

5 La proportion du composant b1) est de préférence de 30 à 60 parties en poids, plus préférentiellement de 40 à 60 parties en poids.

10 Les alcools de polyéther b2) ont de préférence une fonctionnalité de 4 et un indice d'hydroxyle de 470 à 800 mg de KOH/g et en particulier de préférence une fonctionnalité de 4 et un indice d'hydroxyle de 730 à 800 mg de KOH/g.

15 La proportion du composant b2) est de préférence de 3 à 18 parties en poids, en particulier de préférence de 5 à 15 parties en poids.

20 Les alcools de polyéther b3) ont de préférence des fonctionnalités de 2 à 3 et un indice d'hydroxyle de 220 à 430 mg de KOH/g.

Une préférence particulière est donnée aux alcools de polyéther b3) ayant une fonctionnalité de 3 et un indice d'hydroxyle de 380 à 420 mg de KOH/g.

25 La proportion du composant b3) est de préférence de 10 à 25 parties en poids, de manière particulièrement préférée de 10 à 20 parties en poids.

30 Des informations complémentaires concernant les alcools de polyéther b1), b2) et b3) utilisés, et aussi leur

préparation peuvent être trouvées, par exemple, dans Kunststoffhandbuch, volume 7 "Polyurethane", édité par Günter Oertel, Carl-Hanser-Verlag, Munich, 3^e édition, 1993.

5

Le composant b) peut comporter de 1 à 5 parties en poids, en particulier de 1,5 à 5 parties en poids et de manière tout particulièrement préférée de 2 à 5 parties en poids d'eau, b4).

10

Dans un mode de réalisation, la proportion d'eau de b4) est de 2 à 5% en poids. Ce mode de réalisation peut être combiné à d'autres modes de réalisation du procédé de l'invention.

15

Le composant b) peut éventuellement comprendre également des allongeurs de chaîne et/ou des agents de réticulation. Comme allongeurs de chaîne et/ou agents de réticulation, il est fait usage, en particulier, d'amines et d'alcools bifonctionnels ou trifonctionnels, en particulier des diols, des triols ou des deux, ayant dans chaque cas des poids moléculaires inférieurs à 400, de préférence de 60 à 300.

20

25

c) Comme agent gonflant pour le procédé de l'invention, il est possible d'utiliser les agents gonflants habituels pour la fabrication de mousses de polyuréthane dures.

30

Comme agents gonflants c), il est possible d'utiliser de l'eau et aussi des composés généralement connus agissant

chimiquement et/ou physiquement. Aux fins de la présente invention, les agents gonflants chimiques sont des composés qui réagissent avec l'isocyanate pour former des produits gazeux, par exemple l'eau ou l'acide formique. Le agents
5 gonflants physiques sont des composés qui sont dissous ou émulsionnés dans les matériaux de départ pour la production du polyuréthane et se vaporisent dans les conditions de formation du polyuréthane. Ce sont, par exemple, les hydrocarbures, les hydrocarbures halogénés et d'autres
10 composés, par exemple les alcanes perfluorés tels que le perfluorohexane, les chlorofluorocarbures, et les éthers, les esters, les cétones, les acétals ainsi que les composés inorganiques et organiques qui libèrent l'azote en chauffant, ou des mélanges de ceux-ci, par exemple les
15 hydrocarbures (cyclo)aliphatiques ayant de 4 à 8 atomes de carbone ou les hydrocarbures fluorés tels que le 1,1,1,3,3-pentafluoropropane (HFC 245 fa), le trifluorométhane, le difluorométhane, le 1,1,1,3,3 pentafluorobutane (HFC 365 mfc), le 1,1,1,2-tétrafluoroéthane, le difluoréthane et
20 l'heptafluoropropane.

Les hydrocarbures aliphatiques de bas point d'ébullition, de préférence le n-pentane et/ou l'isopentane, en particulier le n-pentane, sont avantageusement utilisés
25 comme agents gonflants.

Le n-pentane a un point d'ébullition de 36°C, l'isopentane un point d'ébullition de 28°C. Les points d'ébullition sont donc dans une plage qui est favorable pour le procédé de soufflage.
30

Etand donné que les hydrocarbures aliphatiques qui sont convenables comme agents gonflants sont inflammables et explosifs, les usines de mousse doivent être équipées des dispositifs de sécurité appropriés comme ils sont également nécessaires lors de l'utilisation du n-pentane en tant qu'agent gonflant.

II est avantageux d'utiliser les hydrocarbures aliphatiques avec de l'eau comme agent gonflant. La quantité d'hydrocarbures aliphatiques utilisée est de 2 à 25% en poids, de préférence de 5 à 15% en poids, par rapport au composant b). La proportion d'eau dépend de la densité de la mousse désirée de la mousse de polyuréthane dure et elle est en général de 2 à 2,5%.

d) Les catalyseurs (d) utilisés pour la fabrication des mousses de polyuréthane dures sont, en particulier, des composés qui accélèrent fortement la réaction des composés comprenant des atomes d'hydrogène réactif, en particulier les groupes hydroxyle, du composant (b) avec des polyisocyanates organiques (a), éventuellement modifiés.

Les catalyseurs appropriés (d) sont des amines fortement basiques, par exemple les amidines telles que la 2,3-diméthyl-3,4,5,6-tétrahydropyrimidine, les amines tertiaires telles que la triéthylamine, la tributylamine, la diméthylcyclohexylamine, la diméthylbenzylamine, la N-méthylmorpholine, la N-éthylmorpholine, la N-cyclohexylmorpholine, la N,N,N',N'-tétraméthyléthylènediamine, la N,N,N',N'-tétraméthylbutanedi-
amine, la N,N,N',N'-tétraméthyl-1,6-hexane-

diamine, la pentaméthyl-diéthylène-triamine, la tétraméthyl-diamino(éther éthylique), le bis(2-diméthyl-aminoéthyl) éther, la bis(diméthylaminopropyl)urée, la diméthylpipérazine, le 1,2-diméthyl-imidazole, le 1-azabicyclo[3.3.0]-
5 octane et de préférence le 1,4-diazabicyclo[2.2.2]octane, et les composés d'alcanolamine tels que la triéthanolamine, la triisopropanolamine, la N-méthyl-diéthanolamine et la N-éthyl-diéthanolamine, le N,N- diméthylaminoéthoxyéthanol, la
10 N,N,N'-triméthylaminoéthyléthanolamine et la diméthyl-éthanolamine.

D'autres catalyseurs possibles sont les suivants: les tris-(dialkylaminoalkyl)-s-hexahydrotriazines, en particulier la
15 tris(N,N-diméthylaminopropyl)-s-hexahydrotriazine, les hydroxydes de tétraalkylammonium tels que l'hydroxyde de tétraméthylammonium, les hydroxydes de métaux alcalins tels que l'hydroxyde de sodium et les alkoxydes de métaux alcalins tels que le méthylate de sodium et l'isopropoxyde de potassium et également les sels de métaux alcalins
20 d'acides gras à longue chaîne ayant de 10 à 20 atomes de carbone et éventuellement des groupes OH latéraux.

Si des groupes isocyanurate doivent être incorporés dans la mousse dure, des catalyseurs spécifiques sont nécessaires.
25 Comme catalyseurs d'isocyanurate, l'utilisation est en général faite de carboxylates métalliques, en particulier l'acétate de potassium et leurs solutions. Les catalyseurs peuvent, en fonction des exigences, être utilisés seuls ou en mélanges quelconques entre eux.

30

La préférence est donnée à l'utilisation de 0,001 à 7% en poids, en particulier de 0,05 à 5% en poids, de catalyseur ou de combinaison de catalyseurs, par rapport au poids du composant (b).

5

e) Des adjuvants et/ou des additifs (e) peuvent être éventuellement incorporés dans le mélange réactionnel pour la fabrication des mousses de polyuréthane dures. On peut citer à titre d'exemple les substances tensio-actives, les stabilisateurs de mousse, les régulateurs d'alvéoles, les charges, les colorants, les pigments, les ignifugeants, les inhibiteurs d'hydrolyse, les substances fongistatiques et bactériostatiques.

10

15

Les substances tensio-actives possibles sont, par exemple, les composés qui servent à faciliter l'homogénéisation des matériaux de départ et peuvent également être adaptés pour réguler la structure alvéolaire des plastiques. On peut citer à titre d'exemples les émulsifiants tels que les sels de sodium de sulfate à l'huile de ricin ou d'acides gras et également les sels d'acides gras avec des amines, par exemple l'oléate de diéthylamine, le stéarate de diéthanolamine, le ricinoléate de diéthanolamine, les sels d'acides sulfoniques, par exemple les sels de métaux alcalins ou d'ammonium d'acide dodécylbenzènesulfonique ou d'acide dinaphtylméthanedisulfonique et d'acide ricinoléique; les stabilisateurs de mousse tels que les copolymères siloxane-oxyalkylène et d'autres organopolysiloxanes, les alkylphénols éthoxylés, les alcools gras éthoxylés, les huiles de paraffine, les esters d'huile de ricin et les esters

20

25

30

ricinoléiques, l'huile de rouge turc et l'huile d'arachide et les régulateurs d'alvéoles tels que les paraffines, les alcools gras et les diméthylpolysiloxanes. Les acrylates oligomères décrits ci-dessus ayant des radicaux polyoxy-alkylène et fluoroalkane comme groupes latéraux sont également appropriés pour l'amélioration de l'action d'émulsification, la structure alvéolaire et/ou pour la stabilisation de la mousse. Les substances tensioactives sont généralement utilisées dans des quantités de 0,01 à 5 parties en poids, sur la base de 100 parties en poids du composant (b).

Aux fins de la présente invention, les charges, notamment les charges renforçantes, sont les charges organiques et inorganiques usuelles, les matériaux de renforcement, les agents alourdissants, les agents pour améliorer le comportement de l'abrasion dans les peintures, les compositions de revêtement, etc, connus en soi. Les exemples spécifiques sont les suivants: les charges inorganiques telles que les minéraux siliceux, par exemple les silicates en feuilles, comme l'antigorite, la serpentine, les horn blendes, les amphiboles, la chrysotile, le talc; les oxydes métalliques tels que le kaolin, les oxydes d'aluminium, les oxydes de titane et les oxydes de fer, les sels métalliques tels que la craie, la barytine et les pigments inorganiques tels que le sulfure de cadmium, le sulfure de zinc et également le verre, etc. La préférence est accordée à l'utilisation du kaolin (argile de Chine), du silicate d'aluminium et des coprécipités de sulfate de baryum et de silicate d'aluminium et aussi aux minéraux fibreux naturels et synthétiques

tels que la wollastonite, les fibres métalliques et en particulier les fibres de verre de différentes longueurs qui peuvent être revêtues d'un ensimage. Les charges organiques possibles sont, par exemple: le carbone, la
5 mélamine, la colophane, les résines cyclopentadiényles et les polymères greffés et également les fibres de cellulose, le polyamide, le polyacrylonitrile, le polyuréthane, les fibres de polyester à base d'esters dicarboxyliques aromatiques et/ou aliphatiques et, en
10 particulier, les fibres de carbone.

Les charges inorganiques et organiques peuvent être utilisées individuellement ou en mélanges et sont avantageusement incorporées dans le mélange réactionnel en des
15 quantités allant de 0,5 à 50% en poids, de préférence de 1 à 40% en poids, par rapport au poids des composants (a) et (b), mais la teneur en nattes, en non tissés et en textiles tissés de fibres naturelles et synthétiques peut atteindre des valeurs allant jusqu'à 80% en poids.

20 Comme retardateurs de flamme, il est possible d'employer des esters phosphoriques organiques et/ou des esters phosphoniques. La préférence est donnée à l'utilisation de composés qui ne sont pas réactifs vis-à-vis des groupes
25 isocyanate. Les esters phosphoriques comprenant du chlore figurent également parmi les composés préférés. Les retardateurs de flamme appropriés sont, par exemple, le phosphate de tris(2-chloropropyl), le phosphate de triéthyle, le phosphate de crésyl diphényle, l'éthanephosphinate de
30 diéthyle, le phosphate de tricrésyle, le phosphate de tris-

(2-chloroéthyl), le phosphate de tris(1,3-dichloropropyl), le phosphate de tris-(2,3-dibromopropyl), le diphosphate de tétrakis(2-chloroéthyl) éthylène, le méthane-phosphonate de diméthyle, le diéthanolaminométhylphosphonate de diéthyle et aussi les polyols ignifuges commerciaux comprenant du halogène.

En outre, il est également possible d'utiliser des retardateurs de flamme comprenant du brome. Comme retardateurs de flamme comprenant du brome, la préférence est donnée à l'utilisation des composés qui sont réactifs vis-à-vis du groupe isocyanate. De tels composés sont, par exemple, les esters d'acide tétrabromophtalique avec des diols aliphatiques et des produits d'alcoxylation du dibromobutènediol. Les composés issus du groupe de composés de néopentyle bromé comportant des groupes OH peuvent également être employés.

Outre les phosphates substitués par l'halogène mentionnés ci-dessus, il est également possible d'utiliser des agents ignifuges inorganiques ou organiques tels que le phosphore rouge, l'oxyde d'aluminium hydraté, le trioxyde d'antimoine, l'oxyde d'arsenic, le polyphosphate d'ammonium et le sulfate de calcium, le graphite expansible ou les dérivés d'acide cyanurique tels que la mélamine, ou des mélanges d'au moins deux des agents ignifuges tels que les polyphosphates d'ammonium et la mélamine, et éventuellement l'amidon de maïs ou le polyphosphate d'ammonium, la mélamine et le graphite expansible et/ou des polyesters aromatiques ou non aromatiques, pour rendre les produits de

5 polyaddition de polyisocyanates résistants à la flamme. En général, on a trouvé qu'il était avantageux d'utiliser de 5 à 50 parties en poids, de préférence de 5 à 25 parties en poids, des agents ignifuges mentionnés pour 100 parties en poids du composant (b).

10 Plus de détails concernant ce qui a été mentionné ci-dessus d'autres adjuvants et additifs usuels peuvent être trouvés dans la littérature spécialisée, par exemple la monographie de J.H. Saunders et K.C. Frisch "High Polymers", volume XVI, Polyurethanes, parties 1 et 2, Interscience Publishers 1962 et 1964, ou Kunststoff-Handbuch, Polyuréthane, volume VII, Hanser-Verlag, Munich, Vienne, 3^e édition, 1993.

15 Pour fabriquer les mousses de polyuréthane dures, les polyisocyanates A) et le composant polyol b) sont mis à réagir dans des quantités telles que l'indice d'isocyanate soit dans la gamme de 100 à 150, de préférence de 105 à 20 140, et de manière particulièrement préférée de 110 à 130. L'indice d'isocyanate est le rapport molaire des groupes isocyanate aux groupes qui sont réactifs vis-à-vis des groupes isocyanate, multiplié par 100.

25 Les mousses dures de la présente invention sont de préférence fabriquées sur des installations à double bande fonctionnant en continu. Ici, le composant polyol et le composant isocyanate sont dosés à l'aide d'une machine à haute pression et mélangés dans une tête de mélange. Les catalyseurs et/ou les agents gonflants peuvent être ajoutés 30 au mélange de polyols à l'avance par le biais de pompes

séparées. Le mélange réactionnel est appliqué en continu à la couche de recouvrement inférieure. La couche de recouvrement inférieure avec le mélange réactionnel et la couche de recouvrement supérieure pénètrent dans la double bande. Ici, le mélange de réaction mousse et durcit. Après avoir quitté la double bande, le ruban continu est découpé dans les dimensions désirées. De cette manière, il est possible de produire des éléments sandwich comportant des couches de recouvrement métalliques ou des éléments d'isolation ayant des couches de recouvrement flexibles.

Les composants de départ sont mélangés à une température de 15 à 90°C, de préférence de 20 à 60°C, en particulier de 20 à 45°C. Le mélange de réaction peut être coulé en outils de support fermés au moyen de machines de mesure à haute ou basse pression. Des éléments sandwich discontinus, par exemple, sont fabriqués par cette technologie.

L'invention fournit en outre des mousses de polyuréthane dures produites par le procédé de l'invention.

Les mousses de polyuréthane dures produites par le procédé de l'invention ont une masse volumique de 0,02 à 0,75 g/cm³, de préférence de 0,025 à 0,24 g/cm³ et en particulier de 0,03 à 0,1 g/cm³. Elles sont particulièrement appropriées en tant que matériau isolant dans le secteur du bâtiment et de la réfrigération, par exemple, comme couche intermédiaire pour les éléments sandwich ou pour remplir les carcasses de réfrigérateurs et les coffres de congélateurs avec de la mousse.

Les mousses de PUR dures produites par le procédé de l'invention présentent de bonnes surfaces avec peu de défauts et révèlent une bonne adhérence et un bon durcissement. Le composant polyol (b) a simultanément une bonne stabilité au
5 stockage à 20°C ou 5°C pendant plusieurs mois.

L'invention est illustrée par les exemples ci-dessous:

Exemple comparatif 1

10

Un composant polyol a été produit par mélange de 56,0 parties en poids d'un alcool de polyéther ayant un indice d'hydroxyle de 490 mg de KOH/g et à base d'oxyde de propylène et un mélange de saccharose et de glycérol en
15 tant que démarreur,

8,0 parties en poids d'un alcool de polyéther ayant un indice d'hydroxyle de 770 mg de KOH/g et à base d'oxyde de propylène et d'éthylènediamine en tant que démarreur,

20 parties en poids d'huile de ricin,

20

12 parties en poids de phosphate de tris-2-chloroisopropyle,

2 parties en poids de Tegostab® B8462 de Goldschmidt,

0,5 partie en poids d'acétate de potassium dans de l'éthylène glycol, solution concentrée à 50%, et

25

2,1 parties en poids d'eau.

Le composant polyol n'est pas stable à 20°C et également à 5°C et se sépare en deux phases au bout de 24 heures.

Exemple comparatif 2

30

5 Un composant polyol a été produit par mélange de
75,4 parties en poids d'alcool de polyéther ayant un indice
d'hydroxyle de 490 mg de KOH/g et à base d'oxyde de propy-
lène et un mélange de saccharose et de glycérol en tant que
démarrreur,
8,0 parties en poids d'un alcool de polyéther ayant un
indice d'hydroxyle de 770 mg de KOH/g et à base d'oxyde de
propylène et d'éthylènediamine en tant que démarrage,
10 12 parties en poids de phosphate de tris-2-chloroiso-
propyle,
2 parties en poids de Tegostab® B8462 de Goldschmidt,
0,5 partie en poids d'acétate de potassium dans de l'éthy-
lène glycol, solution concentrée à 50%, et
2,1 parties en poids d'eau.

15 Le composant polyol est stable à 20°C et également à 5°C.
Ceci a été mis à réagir avec un MDI polymère ayant une
teneur en NCO de 30,9% en poids (Lupranat® M50 de BASF
SE) en présence de n-pentane (6 parties en poids), de la
20 diméthylcyclohexylamine et de l'eau à un indice d'iso-
cyanate de 120. Les quantités de diméthylcyclohexylamine et
d'eau ont été choisies de telle sorte que le temps de gel
soit 45 secondes et la mousse résultante ait une masse
volumique de 36 g/l.

25 Exemple 1

30 Un composant polyol a été produit par mélange de
55,4 parties en poids d'un alcool de polyéther ayant un
indice d'hydroxyle de 490 mg de KOH/g et à base d'oxyde de

propylène et un mélange de saccharose et de glycérol en tant que démarreur,

5 8,0 parties en poids d'un alcool de polyéther ayant un indice d'hydroxyle de 770 mg de KOH/g et à base d'oxyde de propylène et d'éthylènediamine en tant que démarreur,

20 parties en poids d'un alcool de polyéther ayant un indice d'hydroxyle de 400 mg de KOH/g et à base d'oxyde de propylène et de glycérol en tant que démarreur,

10 12 parties en poids de phosphate de tris-2-chloroisopropyle,

2 parties en poids de Tegostab® B8462 de Goldschmidt,

0,5 partie en poids d'acétate de potassium dans de l'éthylène glycol, solution concentrée à 50%, et

2,1 parties en poids d'eau.

15

Le composant polyol est stable pendant plusieurs mois à 20°C et également à 5°C. Ceci a été mis à réagir avec un MDI polymère ayant une teneur en NCO de 30,9% en poids (Lupranat® M50 de BASF SE) en présence de n-pentane (6 parties en poids), de la diméthylcyclohexylamine et de l'eau à un indice d'isocyanate de 120. Les quantités de diméthylcyclohexylamine et d'eau ont été choisies de telle sorte que le temps de gel soit 45 secondes et la mousse résultante ait une masse volumique de 36 g/l.

25

Exemple 2

Un composant polyol a été produit par mélange de

30 55,4 parties en poids d'un alcool de polyéther ayant un indice d'hydroxyle de 490 mg de KOH/g et à base d'oxyde de

- propylène et un mélange de saccharose et de glycérol en tant que démarreur,
- 8,0 parties en poids d'un alcool de polyéther ayant un indice d'hydroxyle de 770 mg de KOH/g et à base d'oxyde de propylène et d'éthylènediamine en tant que démarreur,
- 5 10 parties en poids d'un alcool de polyéther ayant un indice d'hydroxyle de 400 mg de KOH/g et à base d'oxyde de propylène et de glycérol en tant que démarreur,
- 10 10 parties en poids d'un alcool de polyéther ayant un indice d'hydroxyle de 210 mg de KOH/g et produit par la réaction de l'anhydride phtalique, l'acide oléique, le diéthylène glycol et le monoéthylène glycol,
- 12 parties en poids de phosphate de tris-2-chloroisopropyle,
- 15 2 parties en poids de Tegostab® B8462 de Goldschmidt, 0,5 partie en poids d'acétate de potassium dans de l'éthylène glycol, solution concentrée à 50%, et 2,1 parties en poids d'eau.
- 20 Le composant polyol est stable pendant plusieurs mois à 20°C et également à 5°C. Ceci a été mis à réagir avec un MDI polymère ayant une teneur en NCO de 30,9% en poids (Lupranat® M50 de BASF SE) en présence de n-pentane (6 parties en poids), de la diméthylcyclohexylamine et de
- 25 l'eau à un indice d'isocyanate de 120. Les quantités de diméthylcyclohexylamine et d'eau ont été choisies de telle sorte que le temps de gel soit 45 secondes et la mousse résultante ait une masse volumique de 36 g/l.
- 30 Le durcissement des mousses de PU fabriquées a été déter-

miné au moyen du pénétrateur pour l'essai de dureté. A cet effet, un pénétrateur en acier ayant une extrémité hémisphérique ayant un rayon de 10 mm a été enfoncé à une profondeur de 10 mm dans la mousse formée à l'aide d'une machine d'essai de traction/compression à 3, 4, 5 et 6 minutes après le mélange des composants dans une cuvette en polystyrène. La force maximale requise en N est une mesure du durcissement de la mousse. La somme de durcissement après 3, 4, 5 et 6 minutes est signalé.

10

Pour les expériences d'adhérence, des éléments sandwich (200x200x80 mm) ayant des couches de recouvrement métallique ont été mis en mousse dans le laboratoire dans un moule chauffé fermé. La température du moule était 40°C et la densité totale de la mousse était 36 g/l. Après le durcissement du système, des spécimens d'essai ayant les dimensions de 100x100x80 mm ont été sciés et l'adhérence de la mousse à la couche de revêtement (résistance à la traction dans le Tableau 1) a été déterminée selon la norme DIN EN ISO 527-1/DIN 53292.

15

20

La fréquence des défauts de surface a été déterminée quantitativement par une méthode optique. A cette fin, un échantillon de mousse a été coupé à un plan d'un millimètre de la couche de recouvrement inférieure, c'est-à-dire la couche de revêtement à laquelle la solution de réaction de polyuréthane a été appliquée dans le procédé à double bande.

25

30

Dans l'évaluation quantitative de la surface, la surface de

5 la mousse a été illuminée de la droite et ensuite de la gauche et dans chaque cas photographiée. Les images ont été superposées et analysées au moyen d'un logiciel d'analyse d'image. Les défauts sur la surface apparaissent comme des zones noires. Le pourcentage des zones noires sur la base de la surface totale est une mesure de la fréquence des défauts de surface dans la mousse.

10 En outre, une évaluation qualitative supplémentaire de la nature de la surface des mousses a été réalisée en retirant la couche de recouvrement d'un échantillon de mousse de 1m x 2m et en évaluant visuellement la surface.

Les résultats sont présentés dans le Tableau 1.

15 Tableau 1

| | Exemple comparatif 1 | Exemple comparatif 2 | Exemple 1 | Exemple 2 |
|---|----------------------|----------------------|------------|------------|
| Stabilité du composant polyol à 20°C | instable | stable | stable | stable |
| Stabilité du composant polyol à 5°C | instable | stable | stable | stable |
| | | | | |
| Durcissement complet après 3, 4, 5 et 6 min [N] | | 344 | 352 | 340 |
| | | | | |
| Résistance à la traction [N/mm ²] | | 0,22 | 0,32 | 0,29 |
| | | | | |
| Surface (qualitative) | | pauvre | très bonne | très bonne |
| Surface (quantitative)[%] | | 9,1 | 0,7 | 1,2 |

Les résultats du Tableau 1 montrent que la stabilité du composant polyol est bonne à 20°C et 5°C et les propriétés de surface, le durcissement et l'adhérence des mousses produites par le procédé de l'invention sont très bons.

5

La stabilité pendant le stockage des composants polyols utilisés dans le procédé de l'invention est très bonne; les composants polyols correspondant aux exemples 1 et 2, qui comprennent chacun 5 parties en poids d'eau, sont stables pendant des mois même à 20°C et également à 5°C.

10

Les mousses de PU obtenues selon l'exemple comparatif 2 ont une résistance à la traction nettement plus faible et une plus pauvre surface.

de 2 à 3 et un indice d'hydroxyle de 220 à 430 mg de KOH/g, et

b4) éventuellement de 1 à 5 parties en poids d'eau

- 5 est utilisé en tant que composant b), où les parties en poids de b1) à b4) dans le composant polyol b) ne dépassent pas 100 parties en poids.
- 10 2. Le procédé selon la revendication 1, dans lequel les alcools de polyéther b2) présentent des fonctionnalités de 4 et un indice d'hydroxyle de 730 à 800 mg de KOH/g.
- 15 3. Le procédé selon la revendication 1 ou 2, dans lequel les alcools de polyéther b3) ont des fonctionnalités de 3 et un indice d'hydroxyle de 380 à 420 mg de KOH/g.
- 20 4. Le procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, dans lequel la réaction est effectuée à un indice d'isocyanate de 100 à 150.
- 25 5. Le procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, dans lequel le n-pentane et/ou l'isopentane sont utilisés comme agent gonflant.
6. Une mousse de polyuréthane dure fabriquée par le procédé selon la revendication 1.
- 30 7. Un composant polyol b) consistant en un mélange de

- 5
- b1) de 20 à 60 parties en poids d'un ou plusieurs alcools de polyéther à fonctionnalité élevée de composés à fonctionnalité élevée comprenant de l'hydroxyle en tant que substances de départ ayant des fonctionnalités de 3,5 à 5,5 et un indice d'hydroxyle de 400 à 550 mg de KOH/g,
- 10
- b2) de 1 à 20 parties en poids d'un ou plusieurs alcools de polyéther à base d'amines aliphatiques et ayant des fonctionnalités de 4 et un indice d'hydroxyle de 470 à 800 mg de KOH/g,
- 15
- b3) de 10 à 30 parties en poids d'un ou plusieurs alcools de polyéther et/ou des alcools de polyester aromatiques ayant des fonctionnalités de 2 à 3 et un indice d'hydroxyle de 220 à 430 mg de KOH/g, et
- b4) éventuellement de 1 à 5 parties en poids d'eau,

où les parties en poids de b1) à b4) dans le polyol b) ne dépassent pas 100 parties en poids.