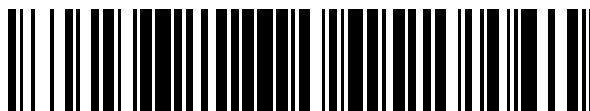


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 377 560**

51 Int. Cl.:
C07C 265/12 (2006.01)
C07C 265/14 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **03726641 .8**
96 Fecha de presentación: **05.05.2003**
97 Número de publicación de la solicitud: **1506165**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **16.02.2005**

54 Título: **Isocianatos de tetralina**

30 Prioridad:
09.05.2002 US 142289

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
28.03.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
28.03.2012

73 Titular/es:
**BAYER MATERIALSCIENCE LLC
100 BAYER ROAD
PITTSBURGH, PA 15205-9741, US**

72 Inventor/es:
**ADKINS, Rick, L. y
PARSONS, Harold, R.**

74 Agente/Representante:
Carpintero López, Mario

ES 2 377 560 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

Isocianatos de tetralina

Campo de la invención

5 La presente invención se refiere a nuevos isocianatos aromáticos obtenidos por hidrogenación parcial de naftaleno así como los procedimientos para prepararlos, y a su uso como un componente de isocianato en la producción de poliuretanos.

Antecedentes de la invención

10 Entre los poliisocianatos orgánicos de importancia comercial y económica como materiales de partida para poliuretanos, se sabe que tanto espumas rígidas como flexibles, en particular espumas flexibles, mezclas de diisocianato de difenilmetano (MDI), poliisocianatos de polifenileno y polimetileno, prepolímeros a base de tales materiales y diisocianato de tolueno (TDI) son adecuados para preparar espumas flexibles. Véanse, por ejemplo, las patentes de EE.UU. 4.239.856, 4.256.849, 4.261.852 y 4.365.025, 5.070.114, 4.478.960, 4.945.117, 5.369.138, 4.876.292, 5.521.225.

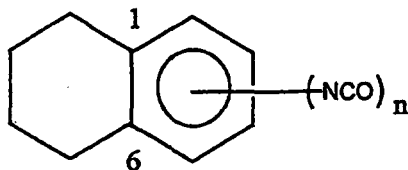
15 También se conocen en la técnica isocianatos modificados con alofanato. Se desvelan diversos isocianatos que contienen grupos alofanato y procedimientos para su producción por ejemplo, en las patentes de EE.UU Nos. 4.738.991, 4.866.103, 5.319.053 y 5.319.054 y las Patentes Europeas 0.031.650 y 0.393.903.

20 Se requirió que un isocianato mejorado presentara propiedades físicas mejoradas sobre TDI, así se requería que fuera líquido (una ventaja sobre MDI) y presentara una presión de vapor mayor que TDI (por lo tanto presenta estructura de peso molecular superior). Sorprendentemente, tal espuma también presenta mejora en las propiedades de la espuma.

Las espumas de dureza variable, propiedades físicas razonables y buenas deformaciones permanentes por compresión con maduración en húmedo se pueden formular con los presentes isocianatos de tetralina. Mejoraron propiedades físicas tales como elongación y desgarró.

Sumario de la invención

25 La presente invención se refiere a isocianatos que corresponden a la fórmula:

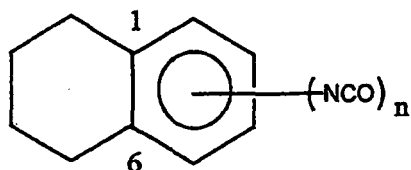


30

en la que n es 2.

Descripción detallada de la invención

La presente invención se refiere a isocianatos que corresponden a la fórmula:



35

en la que n es 2.

40 Con n = 2, el isocianato es diisocianato de 2,3-tetralina, diisocianato de 2,4-tetralina, diisocianato de 3,4-tetralina, diisocianato de 2,5-tetralina o mezclas de los mismos.

45 Los nuevos isocianatos de la presente invención se producen haciendo reaccionar tetralindiamina con fosgeno. Las diaminas de partida se pueden producir mediante procedimientos ya conocidos (Véase "Nitrobenzene and Nitrotoluenes", Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology, 4ª ed, vol 17, 1.996 y "Diaminotoluenes", ibid, vol 2, 1.992.). Por ejemplo, se puede convertir tetrahidronaftaleno (tetralina) en la diamina mediante hidrogenación catalítica. En particular, la reacción de tetralina con ácido nítrico da como resultado dinitrotetralina, que después se hidrogena catalíticamente para proporcionar tetralindiamina.

El tetrahidronaftaleno es un producto comercialmente disponible, que se puede preparar mediante hidrogenación parcial de naftaleno.

50 La diamina anterior se convierte en el isocianato de la presente invención haciéndola reaccionar con fosgeno. Se puede emplear fosgeno en forma líquida o gaseosa, preferiblemente forma líquida. La tetralindiamina se disuelve en una mezcla de diglimes/1,2-diclorobenceno y se añade a la disolución de fosgeno. La temperatura del medio de reacción oscila desde 90 a 190°C, preferiblemente de 110 a 170°C.

El di o isocianato de tetralina también se puede preparar a partir de la amina usando propuestas sin fosgeno tales como escisión de poliuretano.

5 El nuevo isocianato de la presente invención se puede usar en los mismos campos en que se han usado los poliisocianatos aromáticos de la técnica anterior. Por ejemplo, se puede usar en los campos tal como poliuretano haciendo reaccionar diversos compuestos, incluyendo polímeros, que contienen grupos hidrógeno activos tales como poliols, así como compuestos intermedios, para producir otros compuestos o polímeros nuevos, etc. Los nuevos isocianatos según la presente invención se pueden usar en vez de TDI y/o MDI en todos los procedimientos para la producción de poliuretanos usando estos poliisocianatos conocidos.

Ejemplos

10 La invención se describe con más detalle con ayuda de los siguientes ejemplos.

Ejemplo 1: Preparación de Tetralindiamina

15 Se añadió una cantidad de 2.000 g de disolución de ácido nítrico (39,2% en peso en ácido sulfúrico) a un matraz de 5 litros. Se añadió lentamente 1,2,3,4-Tetrahidronaftaleno (tetralina) manteniendo una temperatura de 70°C. Se agitó la mezcla de reacción a 70°C durante tres (3) horas, después se lavó con agua (2x1 l) y bicarbonato sódico al 10% (2x0,5 l). Se secó la dinitrotetralina y se hizo reacción con hidrógeno a 103,5 bares (1.500 psig) y 160°C durante dos (2) horas para proporcionar tetralindiamina.

Ejemplo 2: Preparación de Diisocianato de tetralina

20 Se enfrió 1,2-diclorobenceno (1,5 l) a 0°C y se añadió fosgeno a una velocidad de 3 moles/hora durante 1,8 horas. Se disolvió tetralindiamina (150 g) en una mezcla 50:50 de diglime/1,2-diclorobenceno y se añadió a la disolución de fosgeno. La disolución de reacción se calentó lentamente a 135°C y se mantuvo a esa temperatura durante 1 hora. Se purgó la mezcla resultante con nitrógeno y se destiló a vacío el disolvente (134 – 136°C a 3,6 mbares ((2,7 mm de Hg)) para proporcionar un líquido amarillo claro con un contenido en %NCO de 34,5.

Ejemplo 3: Espumas de poliuretano usando Diisocianato de tetralina

25 La tabla a continuación ilustra los resultados obtenidos cuando se usa diisocianato de tetralina en una formulación de espuma TDI clásica. También se espumó TDI para proporcionar una muestra de control. El polioli usado es un polioli a base de glicerina/propilenglicol con un índice de hidroxilo de 56. El catalizador es una mezcla comprendida por Dabco T-9, Dabco T-12 y Polycat 70. L-620 es un tensioactivo de silicona.

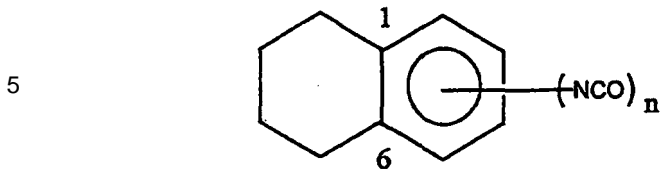
Como se puede ver, las tracciones fueron muy similares. Además, el diisocianato de tetralina mostró una mejora del 24% en la resistencia tanto a la elongación como al desgarro.

30 Tabla 1

	ISO	TDI	Diisocianato de Tetralina
Indice		100	100
Formulaciones:			
	Poliol	100	100
	Agua	4,00	4,40
	L-620	0,8	0,8
	Catalizador	0,5	1,0
Propiedades de la Espuma			
	Densidad, kg/m ³ (pcf)	20,8 (1,30)	21,0 (1,31)
	Tracción, kPa (psi)	122,0 (17,7)	119,3 (17,3)
	Elongación, %	168	208
	Desgarros, kg/m (lbs/in)	30,71 (1,72)	38,04 (2,13)

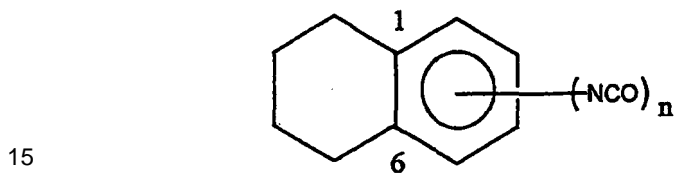
REIVINDICACIONES

1. Isocianatos que corresponden a la fórmula:



en la que n es 2, se selecciona de: diisocianato de 2,3-tetralina, diisocianato de 2,4-tetralina, diisocianato de 3,4-tetralina o diisocianato de 2,5-tetralina.

10 2. Un procedimiento para preparar isocianatos según la reivindicación 1, que corresponde a la fórmula:



en la que n es 2 que comprende las etapas de:

- a) hacer reaccionar 1,2,3,4-tetrahidronaftaleno con ácido nítrico para producir dinitrotetralina;
- b) hidrogenación catalítica de dinitrotetralina para producir tetralindiamina.
- 20 c) fosgenación de tetralindiamina para producir un producto resultante y
- d) destilar dicho producto resultante.

3. Una espuma de poliuretano obtenible en un procedimiento en el que se usa el isocianato según la reivindicación 1.

4. Una espuma de poliuretano según la reivindicación 3, en la que dicha espuma es una espuma flexible.