

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 685 439**

51 Int. Cl.:

C08J 9/12 (2006.01)

C08J 9/14 (2006.01)

C08G 18/48 (2006.01)

C08G 18/08 (2006.01)

C08G 101/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **20.03.2006 PCT/US2006/010232**

87 Fecha y número de publicación internacional: **05.10.2006 WO06104767**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **20.03.2006 E 06739138 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **30.05.2018 EP 1871827**

54 Título: **Proceso para preparar una espuma de poliuretano**

30 Prioridad:

28.03.2005 US 91945

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

09.10.2018

73 Titular/es:

**MOMENTIVE PERFORMANCE MATERIALS INC.
(100.0%)
260 Hudson River Road
Waterford, NY 12188, US**

72 Inventor/es:

BONAPERSONA, VITTORIO

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

Observaciones:

**Véase nota informativa (Remarks, Remarques o
Bemerkungen) en el folleto original publicado por
la Oficina Europea de Patentes**

ES 2 685 439 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

Proceso para preparar una espuma de poliuretano

Antecedentes de la invención

5 Las espumas de poliuretano y poliisocianurato preparadas en presencia de una cantidad mayor que la habitual de dióxido de carbono generado químicamente o usando solo el gas generado químicamente como agente de soplado tienden a ser muy quebradizas en la superficie lo que hace muy difícil obtener una buena adhesión a un sustrato. Esta friabilidad se puede reducir mediante el uso de cierto catalizador o mediante el uso de polioles de cadena más larga o por calentamiento del sustrato, pero en todos los casos esto representa una limitación significativa o un cambio de tecnología.

10 Hasta la fecha, se ha descrito la introducción de ciertos disolventes polares orgánicos en una espuma de poliisocianurato para formar mezclas, por ejemplo como parte del componente de catalizador, pero las cantidades introducidas de ese modo han sido significativamente menores que las cantidades requeridas en el presente contenido; véanse, por ejemplo, los documentos de Patente de Estados Unidos con números 3.625.872; 3.746.709; 3.849.349; 3.896.052; 3.903.018; 4.033.908 y 4.071.482.

15 El uso de ciertos disolventes apróticos se menciona en el documento de Patente de Estados Unidos n.º 4.071.482, que se refiere a espumas de poliuretano altamente resistentes a la inflamación de friabilidad mejorada y fragilidad reducida sin el correspondiente aumento significativo en las características de propagación de llama o generación de humo que se preparan por incorporación a la composición de poliuretano formadora de espuma de una cantidad de un carbonato orgánico líquido, tal como carbonato de etileno o propileno, y el documento de Patente de Estados Unidos n.º 4.335.228, que se refiere a la mejora de la adhesión entre la piel y el núcleo de laminados que tienen núcleos de espuma de poliisocianurato rígidos mediante la incorporación de un disolvente orgánico aprótico dipolar, en una cantidad minoritaria, en la mezcla de reacción que se emplea para preparar el núcleo de espuma de poliisocianurato.

25 Sin embargo, aunque la técnica anterior pueda desvelar el uso de agua como agente de soplado químicamente activo, la técnica anterior no aborda el problema de la falta de adhesión y el aumento de friabilidad de las espumas de poliuretano o poliisocianurato causados por el uso de una reacción agua-isocianato como agente de soplado químico. Más específicamente, las referencias de la técnica anterior indicadas anteriormente fracasan al desvelar o sugerir el uso de agua en una cantidad tal que pudiera producir dióxido de carbono en una cantidad de al menos un 10 por ciento del volumen total de gas de soplado y que incluya un disolvente aprótico dipolar en una cantidad de aproximadamente un 1 por ciento en peso a aproximadamente un 10 por ciento en peso basado en el peso total de la mezcla formadora de espuma.

30 La técnica anterior pertinente adicional está constituida por el documento de Patente US 5.736.588 A, que desvela un método de preparación de una espuma de poliuretano, y el documento de Patente JP 2002-12644 A, que desvela un método para preparar espumas de poliisocianurato.

Breve descripción de la invención

35 De acuerdo con la presente invención, se proporciona un proceso para preparar una composición de espuma de poliuretano donde al menos un 50 por ciento del volumen del gas de soplado es dióxido de carbono formado a partir de la reacción de un poliisocianato y agua o un ácido orgánico. La mezcla de reacción incluye un disolvente aprótico dipolar en una cantidad de un 1 por ciento en peso a un 10 por ciento en peso basado en el peso total de la mezcla formadora de espuma.

40 Las ventajas de las espumas producidas de acuerdo con las realizaciones a modo de ejemplo de la presente invención exhiben un curado mejorado y una friabilidad reducida. Además, la reducción de la friabilidad de las espumas, en especial en su superficie, que se consigue de acuerdo con la presente invención da como resultado una mejora de la adhesión de las espumas y sus sustratos y/o una menor necesidad de calentamiento de los sustratos para proporcionar un nivel mejorado de adhesión.

45 La expresión "disolvente orgánico aprótico dipolar" se usa en la presente memoria descriptiva y en las reivindicaciones en su sentido aceptado convencionalmente, en concreto, como la designación de un disolvente que no puede donar un átomo o átomos de hidrógeno lábiles de forma adecuada para formar enlaces de hidrógeno fuertes con una especie apropiada (o para reaccionar con un poliisocianato); véase, por ejemplo, Parker, Quaterly Reviews XVI, 163, 1962. Los disolventes orgánicos dipolares que se usan de acuerdo con la invención son dialquilsulfóxidos tales como dimetilsulfóxido, dietilsulfóxido, diisobutilsulfóxido; fosfonatos tales como metilfosfonatos de O,O-dimetilo, O,O-dietilo, O,O-diisopropilo, vinilfosfonato de O,O-di(2-cloroetilo); tetrametilsulfona, 1-metil-2-pirrolidona, acetonitrilo, y carbonato de etileno.

El término "friabilidad" se refiere al estado de la superficie de la espuma de poliuretano; es decir, a la capacidad de la superficie para formar polvo cuando se somete a presión, friabilidad que cambia con el tiempo, mientras que "fragilidad" se usa en la presente memoria descriptiva y en las reivindicaciones en su sentido aceptado convencionalmente, en concreto se refiere a la friabilidad interna de la estructura de la espuma que permanece básicamente sin cambios con el tiempo; es decir, es de naturaleza estructural y molecular.

Descripción detallada de la invención

Se proporciona un método para preparar una composición de espuma de poliuretano en la que al menos un 50 por ciento del volumen de gas de soplado es dióxido de carbono formado por reacción de un poliisocianato y agua o un ácido orgánico y que comprende además un disolvente aprótico dipolar en una cantidad de un 1 por ciento en peso a un 10 por ciento en peso basado en el peso total de la mezcla formadora de espuma, de acuerdo con la reivindicación 1. De acuerdo con una realización de la presente invención, con la incorporación de disolventes apróticos a polares a una mezcla de reacción formadora de espuma de poliuretano que tiene una cantidad poco habitual de agua presente, es posible reducir significativamente la friabilidad superficial y obtener una excelente adhesión de un núcleo de espuma a la piel formadora de cara lateral sin la necesidad de altas temperaturas de curado. También se ha observado que la friabilidad del poliuretano en la capa inmediatamente adyacente a los formadores de cara lateral de la piel es significativamente menor que en el caso en el que se ha usado una mezcla de reacción de espuma de poliuretano, idéntica en composición excepto por la ausencia del disolvente aprótico dipolar.

Los métodos conocidos para la producción de laminados incluyen la producción de paneles de sándwich individuales así como la producción de tableros de laminado de espuma continuos. En el primer proceso, la mezcla de reacción formadora de espuma se dispensa, en general usando medios de mezcla y dispensación mecánicos apropiados, entre dos láminas formadoras de cara lateral que se han ensamblado previamente en un molde adecuado. La dispensación de la mezcla de espuma se puede conseguir mediante vertido o pulverización de acuerdo con técnicas bien conocidas.

En el método continuo, la mezcla de reacción formadora de espuma de polímero se dispensa sobre la lámina formadora de cara lateral de la parte inferior que es flexible y que se estira de forma continua desde un rodillo de suministro y avanza sobre una cinta transportadora de soporte. Corriente abajo del punto en el que se deposita la mezcla formadora de espuma sobre la lámina formadora de cara lateral de la parte inferior, una segunda lámina formadora de cara lateral, dispensada desde un rodillo continuo en el caso de un material formador de cara lateral flexible tal como lámina de aluminio, fieltro saturado de asfalto, papel Kraft, o se dispensa en forma de placas individuales en el caso de un formador de cara lateral rígido tal como lámina de acero, paneles de madera de cartón yeso, se pone en contacto con la superficie superior de la espuma naciente. En general, la segunda lámina formadora de cara lateral se pone en contacto con la espuma en la etapa en la que la reacción formadora de espuma ha progresado hasta tal punto que la espuma ha adquirido la suficiente resistencia para soportar el peso de la segunda lámina formadora de cara lateral. Después de la finalización de esta etapa, el laminado se hace pasar a continuación a través de un dispositivo de conformación para controlar el espesor y finalmente a través de una zona de curado en la que el laminado con núcleo de espuma se somete a temperaturas del orden de 93 °C (200 °F). En general, se requiere una etapa de curado térmico con el fin de asegurar la unión adecuada del núcleo de espuma a las superficies colindantes de las láminas formadoras de cara lateral además de efectuar el curado del propio núcleo de espuma.

De forma similar, en el caso de los paneles de núcleo de espuma que se forman mediante el método de vertido en el lugar en moldes individuales que se ha descrito anteriormente, los paneles se someten a un proceso de curado térmico, que implica el uso de temperaturas del orden de 82 °C (180 °F) con el fin de asegurar una unión adecuada del núcleo de espuma a las superficies colindantes de las láminas formadoras de cara lateral así como la finalización del curado del propio núcleo de espuma.

De acuerdo con una realización de la presente invención, al menos un 70 por ciento del volumen de gas de soplado es dióxido de carbono formado a partir de una reacción de poliisocianato y agua o ácido orgánico. Además, se puede incluir un agente de soplado físico que comprende un 30 por ciento o menos del volumen total del gas de soplado.

De acuerdo con la presente invención, se añade una cantidad apropiada de un 1 por ciento en peso a un 10 por ciento en peso basado en el peso total de la mezcla formadora de espuma, del disolvente aprótico dipolar al componente de poliisocianato o al componente de polioliol o, si se desea, se divide entre cada uno de estos dos componentes de la mezcla de reacción formadora de espuma. Habiendo incluido el disolvente de la mezcla de reacción formadora de espuma de este modo, la producción del laminado puede transcurrir a continuación usando cualquiera de los métodos conocidos en la técnica sin la necesidad de modificar o cambiar ninguno de los procedimientos que se usan convencionalmente.

Se ha descubierto que, mediante la incorporación de ese modo de los disolventes apróticos dipolares a las mezclas de reacción formadoras de espuma en las que al menos un 50 por ciento del volumen de gas de soplado es dióxido de carbono formado mediante la reacción de poliisocianato y agua o ácido orgánico, es posible obtener una excelente adhesión de un núcleo de espuma a una piel formadora de cara lateral sin la necesidad de usar las temperaturas de curado del orden que se ha mencionado anteriormente. Esto es cierto para una amplia diversidad de espesores del núcleo de espuma desde tan poco como 1,27 cm (0,5 pulgadas) a tanto como 10,16 cm (4 pulgadas) o mayor. De ese modo, se ha descubierto que unas temperaturas de curado tan bajas como 38 °C (100 °F) son completamente adecuadas para obtener una buena adhesión cuando se emplea la mejora de la presente invención.

5 Se puede emplear cualquiera de los poliisocianatos que se emplean habitualmente en la técnica de la preparación de espumas de poliisocianurato en las mezclas de reacción formadoras de espuma que se han discutido anteriormente. De acuerdo con otra realización de la presente invención, se pueden emplear poliisocianatos conocidos como poliisocianatos de polimetileno polifenilo en las mezclas de reacción formadoras de espuma que se han discutido anteriormente. De acuerdo con otra realización de la presente invención, los poliisocianatos de polimetileno polifenilo comprenden de un 20 a un 85 por ciento en peso de metilénbis(isocianato de fenilo), siendo el resto de la mezcla poliisocianatos de polimetileno polifenilo de funcionalidad superior a 2,0. Se puede encontrar una descripción detallada de estos poliisocianatos y de los métodos para su preparación en el documento de Patente de Estados Unidos n.º 3.745.133.

20 De acuerdo con otra realización de la presente invención, se puede usar cualquier poliisocianato orgánico en el proceso de la presente invención. Los poliisocianatos adecuados incluyen poliisocianatos aromáticos, alifáticos, aralifáticos y cicloalifáticos y las combinaciones de los mismos. Algunos ejemplos de isocianatos útiles incluyen: diisocianatos tales como diisocianato de m-fenileno, diisocianato de p-fenileno, diisocianato de 2,4-tolueno, diisocianato de 2,6-tolueno, diisocianato de 1,6-hexametileno, diisocianato de 1,4-hexametileno, diisocianato de 1,4-ciclohexano, diisocianato de hexahidrotolueno y sus isómeros, diisocianato de 1,5-naftileno, diisocianato de 1-metilfenil-2,4-fenilo, diisocianato de 4,4-difenil-metano, diisocianato de 2,4'-difenil-metano, diisocianato de 4,4'-bifenileno, diisocianato de 3,3'-dimetoxi-4,4'-bifenileno y 3,3'-dimetil-difenil-propano-4,4'-diisocianato; triisocianatos tales como triisocianato de 2,4,6-tolueno; y poliisocianatos tales como 4,4'-dimetildifenil-metano-2,2',5,5'-tetraisocianato y los poliisocianatos de polimetileno polifenilo. De acuerdo con otra realización de la presente invención, el poliisocianato es poliisocianato de polimetileno polifenilo, diisocianato de meta o para fenileno, diisocianato de hexametileno, diisocianato de tolueno y diisocianato de difenilmetano.

De forma similar, cualquiera de los polioles que se emplean convencionalmente en la producción de espumas de poliisocianurato se puede emplear en la mezcla de reacción de espuma que se emplea en la preparación de laminados de acuerdo con la presente invención. Los polioles que se emplean de acuerdo con la invención son poliéter y poliéster polioles que tienen funcionalidades de 2 a 6 y pesos moleculares que varían de 60 hasta 1000 o superior. Aunque se pueden emplear polioles que tienen mayores pesos moleculares, los polioles tienden a ser sólidos o líquidos altamente viscosos y por lo tanto son menos deseables debido a consideraciones de manipulación y miscibilidad.

Los polioles se emplean en general en la mezcla de reacción formadora de espuma en cantidades en el intervalo de 0,01 equivalentes a 0,4 equivalentes por equivalente de poliisocianato. Se da una descripción detallada y una ilustración a modo de ejemplo de tales polioles en el documento de Patente de Estados Unidos n.º 3.745.133 mencionado anteriormente.

Los catalizadores de trimerización, y las proporciones de los mismos, que se emplean en las mezclas de reacción de espuma de polímero que se utilizan de acuerdo con las realizaciones de la presente invención pueden ser cualquiera de las conocidas en la técnica; véanse, por ejemplo, el documento de Patente de Estados Unidos n.º 3.745.133 mencionado anteriormente así como los documentos de Patente de Estados Unidos con números 3.896.052; 3.899.443 y 3.903.018.

Los procesos de la invención se pueden aplicar a la preparación de laminados usando cualquiera de los tipos de material formador de cara lateral (tales como los que se ha mostrado a modo de ejemplo anteriormente) y se manifestarán las ventajas de adhesión mejorada. Sin embargo, el problema de mala adhesión es particularmente grave en el caso de diversos formadores de cara lateral metálicos y es con estos formadores de cara lateral metálicos con los que el proceso de la invención encuentra una aplicación particular.

Los laminados que se producen de acuerdo con el proceso de la invención se puede usar para todos los fines para los que se usan convencionalmente los laminados. De forma ilustrativa, los laminados se pueden emplear como barreras térmicas y materiales de aislamiento en cubiertas de tejado y como aislamiento para paredes en todos los tipos de construcción en edificaciones industriales, o en áreas de almacenamiento de frío.

De acuerdo con otra realización de la presente invención, una composición de espuma de poliuretano puede

comprender además aditivos conocidos opcionales tales como activadores, catalizadores o aceleradores, colorantes, pigmentos, tintes, agentes de reticulación/prolongación de cadena, tensioactivos, cargas, estabilizantes, antioxidantes, plastificantes, o retardantes de llama.

- Por ejemplo, las cargas pueden incluir cargas orgánicas e inorgánicas convencionales y agentes de refuerzo.
- 5 Algunos ejemplos más específicos incluyen cargas inorgánicas, tales como minerales de silicato, por ejemplo, filosilicatos tales como antigorita, serpentina, hornblendas, anfíboles, crisotila, y talco; óxidos metálicos, tales como óxidos de aluminio, óxidos de titanio y óxidos de hierro; sales metálicas tales como creta, barita y pigmentos inorgánicos, tales como sulfuro de cadmio, sulfuro de cinc y vidrio, entre otros; caolín (arcilla china), silicato de aluminio y coprecipitados de sulfato de bario y silicato de aluminio, y minerales fibrosos naturales y sintéticos, tales
- 10 como wollastonita, metal y fibras de vidrio de diversas longitudes. Algunos ejemplos de cargas orgánicas adecuadas son negro de humo, melamina, colofonia, resinas de ciclopentadienilo, fibras de celulosa, fibras de poliamida, fibras de poliacrilonitrilo, fibras de poliuretano, y fibras de poliéster basadas en ésteres de ácidos dicarboxílicos aromáticos y/o alifáticos y, en particular, fibras de carbono. De acuerdo con otra realización de la presente invención, las cargas inorgánicas y orgánicas se pueden usar de forma individual o como mezclas.
- 15 Algunos ejemplos de retardantes de llama adecuados son fosfato de tricresilo, fosfato de tris(2-cloroetilo), fosfato de tris(2-cloropropilo), y fosfato de tris(2,3-dibromopropilo). Un retardante de llama adecuado en las composiciones de la presente invención comprende FYROL PCF®, que es un fosfato de tris(cloropropilo), de Akzo Nobel Functional Chemicals.

Además de los fosfatos sustituidos con halógenos mencionados anteriormente, también es posible usar retardantes de llama inorgánicos u orgánicos, tales como fósforo rojo, hidrato de óxido de aluminio, trióxido de antimonio, óxido de arsénico, polifosfato de amonio (EXOLIT® de Clariant) y sulfato de calcio, grafito expandible o derivados de ácido cianúrico, por ejemplo, melamina, o las mezclas de dos o más retardantes de llama, por ejemplo, polifosfato de amonio y melamina y, si se desea, almidón de maíz, o polifosfato de amonio, melamina, y grafito expandible y/o, si se desea, poliésteres aromáticos.

De acuerdo con otra realización de la presente invención, se pueden incluir potenciadores del rendimiento UV, o estabilizadores de luz UV, en forma de mezclas de reacción para prevenir la descomposición y la pérdida de propiedades químicas y físicas en la estructura del material compuesto debido a la luz UV. De acuerdo con otra realización la presente invención, los potenciadores del rendimiento UV incluyen Tinuvin® 1130 y Tinuvin® 292 de Ciba. Por supuesto, se puede incluir cualquier otro potenciador del rendimiento UV disponible en Ciba o cualquier otro proveedor equivalente. Además, otros potenciadores del rendimiento UV pueden incluir, pero no se limitan a, Tinuvin® 123 y Tinuvin® 900 de Ciba.

Se pueden obtener detalles adicionales de otros adyuvantes y aditivos convencionales mencionados anteriormente en la bibliografía especializada, por ejemplo, en la monografía de J. H. Saunders y K. C. Frisch, High Polymers, Volumen XVI, Polyurethanes, Partes 1 y 2, Interscience Publishers 1962 y 1964, respectivamente, o Kunststoff-Handbuch, Polyurethane, Volumen VII, Carl-Hanser-Verlag, Munich, Viena, 1ª y 2ª ediciones, 1966 y 1983.

Los siguientes ejemplos describen la forma y el proceso de preparar y usar la invención y las composiciones comparativas y exponen el mejor modo contemplado por el inventor de llevar a cabo la invención, pero no se pretende que sean limitantes.

EJEMPLO 1 (de la invención y variantes que no son de la invención)

40 Se preparó una serie de paneles sándwich de cara rígida de modelo con núcleos de espuma de poliuretano usando el siguiente procedimiento estándar.

Se puso una placa de acero galvanizado (30 cm x 30 cm x 6 cm) ajustada a la temperatura deseada en la parte inferior de un molde metálico del mismo tamaño. La parte superior del molde se cerró herméticamente a continuación con una placa de acero similar. Se introdujo una cantidad suficiente de una mezcla formadora de espuma de poliuretano (preparada por combinación de los componentes y las cantidades de los mismos que se muestran en la Tabla 1) en el molde de un modo tal que la espuma naciente llenara completamente la cavidad del molde y alcanzara la densidad deseada. A continuación, el molde se puso en un horno. Se permitió que la espuma permaneciera en el horno durante 5 minutos a la temperatura del molde que se indica en la Tabla 1. El panel sándwich de espuma curado obtenido de ese modo se retiró a continuación del horno y se dejó acondicionar en posición vertical a temperatura ambiente durante 24 horas. Se cortaron muestras con el fin de someter a ensayo cualitativo la resistencia de la unión entre las placas de acero y el núcleo de espuma.

En el caso de un panel de control preparado con la Composición A de espuma (no se usó ningún disolvente; véase la Tabla I), hubo una adhesión relativamente débil en las placas de acero y el núcleo de poliuretano a una temperatura de molde de 35 °C. Sin embargo, cuando la temperatura del molde se mantuvo a una temperatura de

45 °C, hubo un aumento significativo en la adhesión entre las placas de acero y el núcleo de poliuretano.

5 En el caso de los paneles preparados con la Composición B de espuma (con carbonato de etileno usado como disolvente), hubo una buena adhesión entre las placas de acero y el núcleo de poliuretano a 35 °C. Además, a 45 °C, la adhesión de la espuma al acero se hizo incluso más fuerte. La adhesión entre las placas de acero y el núcleo de espuma procesado a 45 °C fue más fuerte que el pegamento epoxi usado para fijar la muestra a las abrazaderas del dinamómetro.

Además, 10 minutos después de la finalización de la reacción de la espuma y a temperatura ambiente, se observó que la Composición A de espuma (que no es de la invención) mostró una mayor friabilidad superficial que la Composición B de espuma (de la invención) que no mostró ninguna friabilidad superficial.

TABLA 1

Composición de espuma	Partes en peso	
	A	B
Daltolac® R 180 (poliol basado en sacarosa disponible en Huntsman, LLC.)	80,0	80,0
TCP (fosfato de tris(2-cloropropilo))	20,0	20,0
Catalizador Niox® DMBA (catalizador de dimetilbencilamina disponible en GE Silicones)	2,2	2,2
Catalizador Niox® A1 (catalizador de bis(dimetilaminoetil) éter disponible en GE Silicones)	0,2	0,2
Agua	4,0	4,0
Silicona Niox® SR 321 (disponible en GE Silicones)	2,0	2,0
Carbonato de etileno		4,0
Suprasec DNR (MDI polimérico disponible en Imperial Chemical Industries)	155	155
Friabilidad superficial a temperatura ambiente	SÍ	NO
Temperatura del molde, °C	35	35
Adhesión, kPa	82,8	174,4
Temperatura del molde, °C	45	45
Adhesión, kPa	196,6	> 240 (pegamento epoxi fracturado)

10

EJEMPLO 2 (no es de la invención)

15 Se introdujo la formulación de poliisocianurato (PIR) completamente soplado con agua, que se describe en la Tabla 2 como la Composición C de espuma, sobre un papel de lámina metálica delgada situado sobre un molde metálico calentado a 55 °C. Se prepararon las Composiciones D y E de espuma de forma similar a la Composición C de espuma excepto en que las Composiciones D y E de espuma incluyeron además los disolventes carbonato de etileno y dimetilsulfóxido (DMSO), respectivamente. Se observó que las Composiciones D y E de espuma no mostraron ninguna friabilidad y mostraron una adhesión mejorada entre el papel de lámina metálica delgada y el núcleo de poliisocianurato. Por otra parte, el núcleo de poliisocianurato preparado usando la Composición C de espuma mostró friabilidad superficial y el papel de lámina metálica delgada se peló completamente del núcleo de espuma de poliisocianurato después de 10 minutos.

20

TABLA 2

Composición de espuma	Partes en peso		
	C	D	E
TERATE 2541 (un poliol disponible en Invista)	22,6	22,6	22,6
Agua	1,0	1,0	1,0

Composición de espuma	Partes en peso		
	C	D	E
Octoato de potasio Niax® (solución al 72 %, disponible en GE Silicones)	0,5	0,5	0,5
TCP (fosfato de tris(2-cloropropilo))	6,87	6,87	6,87
Acetato de potasio Niax® (solución al 40 %, disponible en GE Silicones)	0,50	0,50	0,50
Silicona Niax® L-5107(disponible en GE Silicones)	0,70	0,70	0,70
DMBA (catalizador de dimetilbencilamina disponible en Protex)	0,50	0,50	0,50
Catalizador Niax® A-1 (catalizador de bis(dimetilaminoetil) éter disponible en GE Silicones)	0,05	0,05	0,05
Carbonato de etileno		1,00	
DMSO (dimetilsulfóxido)			1,30
MDI 0,2 Pa-s (200 cps) (diisocianato de difenilmetano)	68,1	68,1	68,1
ÍNDICE, porcentaje	2,20	2,20	2,20
Friabilidad superficial superior	Sí	no	no
Pelado de papel después de 10 minutos	completo	parcial	parcial

EJEMPLO 3 (de la invención y variantes que no son de la invención)

5 Usando los procedimientos que se han descrito en el Ejemplo 1, se formó una serie de núcleos de espuma a partir de una formulación de poliuretano (PUR) basada completamente en agua (Composición 1 de espuma) y formulaciones de PUR sopladas en agua que incorporaron diferentes disolventes apróticos (Composiciones 2-15 de espuma) como se describe en la Tabla 3. El núcleo de espuma preparado a partir de la formulación de PUR completamente soplada en agua (Composición 1 de espuma) mostró una alta friabilidad superficial. Sin embargo, los núcleos de espuma preparados a partir de las formulaciones de PUR sopladas en agua que utilizaron diferentes disolventes apróticos (Composiciones 2-15 de espuma) mostraron todas una reducción en la friabilidad superficial y algunas mostraron una reducción incluso mayor en la friabilidad superficial dependiendo de la cantidad de disolvente usada en la composición de espuma (como en las Composiciones 7 y 8 de espuma).

10 TABLA 3

Composición de espuma	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Disolvente	Sin disolvente	Carbonato de dimetilo	Carbonato de dimetilo	Carbonato de propileno	Carbonato de propileno	Carbonato de dietilo	Carbonato de dietilo	Carbonato de dietilo	Acetonitrilo	DMSO	DMSO	Caprolactama	TEP	Metil pirrolidona	Carbonato de etileno
Glendion RS 0700 (un polioli disponible en Enichem), partes en peso	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
Agua, partes en peso	6	6	6	6	6	6	6	6	6	6	6	6	6	6	6
DMCHA (N,N-dimetilciclohexilamina), partes en peso	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2

Composición de espuma	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Disolvente	Sin disolvente	Carbonato de dimetilo	Carbonato de dimetilo	Carbonato de propileno	Carbonato de propileno	Carbonato de dietilo	Carbonato de dietilo	Carbonato de dietilo	Acetonitrilo	DMSO	DMSO	Caprolactama	TEP	Metil pirrolidona	Carbonato de etileno
Cantidad de disolvente, partes en peso		10	5	10	5	10	5	4	5	10	5	5	3	5	3
Silicona Nixax® L-6900 (disponible en GE Silicones), partes en peso	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
Suprasec 2085 (disponible en Huntsman, LLC), partes en peso	206	206	206	206	206	206	206	206	206	206	206	206	206	206	206
Friabilidad superficial 1 = ninguna; 5 = alta	5	1	1	2	2	2	2	3	2	3	3	3	2	3	1

Las Composiciones 1, 12, 13 y 15 no son de la invención, y las Composiciones 2-11 y 14 son de la invención.

EJEMPLO 4 (no es de la invención)

- 5 Usando los mismos procedimientos que se han descrito en el Ejemplo 2, se preparó una serie de núcleos de espuma que comprendía una formulación de PIR soplada con agua y pentano (Composición 16 de espuma) y formulaciones de PIR sopladas con agua y pentano (índice NCO de 250) que incluyeron un disolvente aprótico (Composiciones 17-26 de espuma) como se describe en la Tabla 4. El panel formado usando la Composición 16 de espuma mostró una formación de arrugas seria en la superficie del panel y una alta friabilidad superficial. Por otra parte, las Composiciones 17-26 de espuma que incluyeron los disolventes apróticos mostraron una reducción en la
- 10 friabilidad y en la formación de arrugas en la superficie de los paneles preparados con estas formulaciones y formadores de cara lateral flexibles, por ejemplo, papel de película delgada de aluminio que tenía un espesor de 50 µm.

TABLA 4

Composición de espuma	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26
Disolvente	Sin disolvente	Carbonato de propileno	Carbonato de propileno	DMSO	DMSO	N-metilpirrolidona	N-metilpirrolidona	Dimetilformamida	Dimetilformamida	Disolvente DBE®	Disolvente DBE®
Stepanpol PS 3152 (un polioli disponible en Stepan Corporation), partes en peso	56,9	56,9	56,9	56,9	56,9	56,9	56,9	56,9	56,9	56,9	56,9
Agua, partes en peso	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Catalizador de octoato de potasio Nixax®, partes en peso	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0

ES 2 685 439 T3

Composición de espuma	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26
Disolvente	Sin disolvente	Carbonato de propileno	Carbonato de propileno	DMSO	DMSO	N-metilpirrolidona	N-metilpirrolidona	Dimetilformamida	Dimetilformamida	Disolvente DBE®	Disolvente DBE®
DMCHA (N,N-dimetilciclohexilamina), partes en peso	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16
Silicona Niox® L-6912 (disponible en GE Silicones), partes en peso	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
TCP (fosfato de tris(2-cloropropilo)), partes en peso	6,2	6,2	6,2	6,2	6,2	6,2	6,2	6,2	6,2	6,2	6,2
n-Pentano, partes en peso	13,0	13,0	13,0	13,0	13,0	13,0	13,0	13,0	13,0	13,0	13,0
Disolvente, partes en peso		3,0	7,0	3,0	7,0	3,0	7,0	3,0	7,0	3,0	7,0
Suprasec 2085 (disponible en Huntsman, LLC), partes en peso	133,8	133,8	133,8	133,8	133,8	133,8	133,8	133,8	133,8	133,8	133,8
Reactividad											
CT, s	25,0	27,0	29,0	23,0	17,0	24,0	21,0	22,0	23,0	27,0	30,0
GT, s	65,0	72,0	67,0	53,0	42,0	48,0	47,0	54,0	46,0	64,0	70,0
TFT, s	180,0	190,0	162,0	290,0	126,0	180,0	157,0	182,0	139,0	180,0	240,0
Espuma vertida en bolsa de plástico y curada a temperatura ambiente											
Formación de arrugas superficial: 5 = seria, 1 = ligero	5	3	3	1	0,5	1	1	1	1	3	3
Friabilidad superficial 5 = seria, 1 = ninguna	5	5	5	2	2	3	2	2	0	5	0
Espuma vertida sobre una lámina delgada de aluminio de 50 µm en un molde calentado 45 °C y curado durante 3 minutos en el molde											
Densidad del panel	35,0	34,4	35,7	34,2	34,3	35,4	36,2	35,4	37,0	35,3	36,3
Formación de arrugas superficial: 5 = seria, 1 = ligero	5,0	3,0	2,0	2,0	2,0	2,0	1,0	2,0	2,0	3,0	2,0
Estabilidad dimensional											
Porcentaje de cambio de volumen: 1 día, -25 °C	-2,19	0,31	-0,58	0,06	-0,30	-0,83	-0,59	n.d.	n.d.	0,47	-0,34
Porcentaje de cambio de volumen: 1 día, +70 °C, 90 por ciento de HR	3,04	2,33	0,93	1,81	0,77	2,25	1,44	n.d.	n.d.	2,04	3,22

REIVINDICACIONES

1. Proceso de preparación de una espuma de poliuretano a partir de una mezcla de reacción que comprende:
 - un poliisocianato,
 - un poliol seleccionado entre el grupo de poliéter polioles y poliéster polioles que tienen funcionalidades de 2 a 6 y pesos moleculares que varían de 60 hasta 1000,
 - agua o un ácido orgánico,
 - un disolvente aprótico dipolar, y
 - un catalizador para la reacción formadora de espuma de poliuretano, en la que
 - el disolvente aprótico dipolar está presente en una cantidad de un 1 % en peso a un 10 % en peso basado en el peso total de la mezcla formadora de espuma, y
 - el disolvente aprótico dipolar se selecciona entre el grupo que consiste en dialquilsulfóxido, fosfonato, tetrametilensulfona, 1-metil-2-pirrolidona, acetonitrilo, y carbonato de etileno;
- en el que al menos un 50 % del volumen de gas de soplado es dióxido de carbono formado a partir de la reacción de poliisocianato y agua o ácido orgánico.
2. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el poliisocianato se selecciona entre el grupo que consiste en poliisocianatos aromáticos, poliisocianatos alifáticos, poliisocianatos aralifáticos, poliisocianatos cicloalifáticos y las combinaciones de los mismos.
3. El proceso de acuerdo con la reivindicación 2, en el que el poliisocianato es metilendis(isocianato de fenilo).
4. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el dialquilsulfóxido es dimetilsulfóxido, dietilsulfóxido, o diisobutilsulfóxido.
5. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el fosfonato es metilfosfonato de O,O-dimetilo, metilfosfonato de O,O-dietilo, metilfosfonato de O,O-diisopropilo o vinilfosfonato de O,O-di(2-cloroetilo).
6. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que al menos un 70 % del volumen del gas de soplado es dióxido de carbono formado a partir de la reacción de poliisocianato y agua o ácido orgánico.
7. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el disolvente aprótico dipolar está presente en el mismo en una cantidad de un 2 % en peso a un 8 % en peso basado en el peso total de la mezcla formadora de espuma.
8. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el volumen restante del gas de soplado, si lo hubiera, se proporciona mediante un agente de soplado físico.
9. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el dióxido de carbono formado a partir de la reacción de poliisocianato y agua o ácido orgánico es no más de un 70 % del volumen total del gas de soplado.
10. El proceso de acuerdo con la reivindicación 9, en el que la mezcla de reacción formadora de espuma de poliuretano comprende un agente de soplado físico que contribuye no más de un 50 % al volumen total del gas de soplado.
11. El proceso de acuerdo con la reivindicación 10, en el que la mezcla de reacción formadora de espuma de poliuretano comprende un agente de soplado físico que contribuye no más de un 30 % al volumen total del gas de soplado.
12. El proceso de acuerdo con la reivindicación 8, en el que el agente de soplado físico se selecciona entre el grupo que consiste en acetona, acetato de etilo, un alcano halogenado, butano, hexano, heptano, dietil éter, un pentano, y las mezclas de los mismos.
13. El proceso de acuerdo con la reivindicación 12, en el que el alcano halogenado se selecciona entre el grupo que consiste en cloruro de metileno, cloroformo, cloruro de etilideno, cloruro de vinilideno, monofluorotriclorometano, clorodifluorometano, diclorodifluorometano, triclorotrifluoroetano, un compuesto de hidroc fluorocarbono, un compuesto de hidroc fluorocarbono, y las mezclas de los mismos.