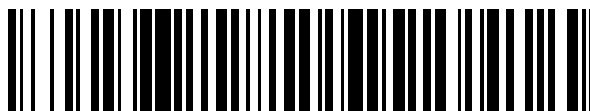


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 714 250**

51 Int. Cl.:

C08K 5/521 (2006.01)

C08G 18/08 (2006.01)

C08J 9/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **29.09.2011 PCT/CN2011/080336**

87 Fecha y número de publicación internacional: **04.04.2013 WO13044474**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **29.09.2011 E 11873111 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **26.12.2018 EP 2760928**

54 Título: **Uso de fosfato de trialquilo como supresor de humo en espuma de poliuretano**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
27.05.2019

73 Titular/es:

**DOW GLOBAL TECHNOLOGIES LLC (100.0%)
2040 Dow Center
Midland, US**

72 Inventor/es:

**XU, JIANPING;
QI, YU DONG;
LOTTI, LUCA y
TAI, XIANGYANG**

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 714 250 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

Uso de fosfato de trialquilo como supresor de humo en espuma de poliuretano

Campo

5 La presente solicitud se refiere a un método para utilizar fosfato de trialquilo para suprimir la generación de humo a partir de espumas de poliuretano.

Antecedentes

10 Los poliuretanos (PU) resultan adecuados para un gran número de aplicaciones. Las espumas de poliuretano rígido (PUR) y/o de poliisocianurato (PIR) que proporcionan propiedades superiores de aislamiento térmico se están convirtiendo en una clase de materiales prometedores para la construcción, por ejemplo para el revestimiento aislante y paneles sándwich con recubrimiento metálico para cubiertas. Sin embargo, los poliuretanos pueden ser inflamables al exponerlos al fuego. Para resolver esta cuestión, habitualmente se añaden retardantes de llama que se utilizan para inhibir o resistir la propagación del fuego. Entre los aditivos retardantes de llama típicos se incluyen compuestos orgánicos halogenados, cargas inorgánicas y compuestos que contienen fósforo, por ejemplo, fosfato de tris(2-cloroisopropilo) (TCPP), fosfato de trietilo (TEP), bis(difenilfosfato) de resorcinol (RDP). Debido a las siempre presentes preocupaciones por el medio ambiente y la seguridad, ahora se favorecen los retardantes de llama libres de halógenos.

15 Recientemente, la gente es más consciente de que el humo y los gases tóxicos generados durante las situaciones de fuego resultan perjudiciales para la salud humana; además, incluso una cantidad limitada de humo negro en un edificio durante un fuego podría evitar que las personas se orienten y encuentren las salidas. En consecuencia, están apareciendo requisitos de comportamiento del humo más estrictos, mientras que la mayoría de normas anteriores se centran en el comportamiento de la llama. Por ejemplo, los productos constructivos necesitarán alcanzar la clase de categoría del humo Bs2d0 en el ensayo EN13823 de único objeto ardiendo (SBI, por sus siglas en inglés) en los mercados europeos. Estos requisitos pueden suponer un reto para las composiciones de PU, e incluso para las espumas de PIR, clasificadas como de alta resistencia a la llama. Aunque resultan eficientes en la supresión o inhibición de la combustión de una resina, muchos retardantes de llama resultan ineficaces en la producción de espumas que generen sólo una cantidad pequeña de humo al quemarse. La tecnología actual de mejora de la supresión del humo de los poliuretanos incluye, por ejemplo, la incorporación de supresores del humo, que son compuestos capaces de reducir la generación de humo al exponerlos al fuego. Entre los ejemplos de compuestos capaces de proporcionar la propiedad de supresión del humo se incluyen los rellenos inorgánicos (por ejemplo, hidróxido de aluminio (también conocido como ATH o trihidrato de aluminio), hidróxido de magnesio (también conocido como dihidróxido de magnesio), sales de cinc y compuestos que contienen molibdeno). Sin embargo, las cargas inorgánicas pueden no ser solubles en los componentes polioliol, lo que resulta en una pobre dispersión en la matriz de polímero. Por ejemplo, necesitarán desarrollarse técnicas y/o equipos para controlar la viscosidad relativamente elevada de las dispersiones de ATH en componentes de polioliol y la rápida sedimentación del ATH en suspensión, especialmente durante la generación de espuma mediante pulverización o a alta presión. Además, la gran cantidad de ATH habitualmente necesaria para conseguir una supresión deseable del humo puede presentar efectos adversos sobre las propiedades físicas.

20 Por tanto, resulta deseable proporcionar un método para mejorar el comportamiento de supresión del humo de la espuma de poliuretano, proporcionando simultáneamente una procesabilidad sencilla. Resulta deseable además proporcionar una composición de poliuretano con supresión mejorada del humo en ausencia de retardantes de llama halogenados, presentando por tanto menos impactos medioambientales.

Breve compendio

25 La invención según la reivindicación 1 se refiere al uso de fosfato de trialquilo como un supresor de humo en espuma de poliuretano, que comprende la etapa de incluir en la espuma de poliuretano un fosfato de trialquilo que presenta al menos un grupo alquilo con dos átomos de carbono y presentando la espuma de poliuretano una ausencia de retardantes de llama halogenados.

30 El uso del fosfato de trialquilo anteriormente indicado como un supresor de humo ofrece una espuma de poliuretano, preferiblemente una espuma de poliuretano rígida, que genera significativamente menos humo al quemarse (es decir, presenta una propiedad mejora de supresión del humo) y que evita las dificultades de procesamiento anteriormente identificadas durante la fabricación, asociadas a aditivos inorgánicos (es decir, proporciona una procesabilidad sencilla). Además, la invención no requiere el uso de retardantes de llama halogenados y por tanto es medioambientalmente respetuoso.

Descripción detallada

35 "Supresor de humo" se refiere a un aditivo en una composición o un artículo que resulta en la supresión de humo para la composición o artículo al ser expuesto a fuego en comparación con la composición o artículo sin el supresor de humo.

“Supresión de humo” se refiere a una reducción de la generación de humo según se determina mediante ensayos de densidad de humo de acuerdo con la norma ASTM D2843-1999. Los valores más bajos de densidad máxima de humo (MSD, por sus siglas en inglés) y clasificación de densidad de humo (SDR) significan una menor generación de humo.

5 Un fosfato de trialquilo en la invención presenta al menos uno de los grupos alquilo con 2 átomos de carbono. Los otros dos grupos alquilo del fosfato de trialquilo pueden, independientemente los mismos o diferentes, contener uno a 8 átomos de carbono, incluyendo un grupo de alquilo lineal o ramificado, un grupo de alquilo cíclico, un alcoxiétilo, un hidroxilalquilo, un grupo hidroxilalcoxilalquilo, y un grupo de alquileo lineal o ramificado. Entre los ejemplos de los otros dos grupos alquilo del fosfato de trialquilo se incluyen, por ejemplo, metilo, etilo, propilo, butilo, n-propilo, isopropilo, n-butilo, isobutilo, sec-butilo, tert-butilo, butoxietilo, isopentilo, neopentilo, isohexilo, isoheptilo, ciclohexilo, propileno, 2-metilpropileno, neopentileno, hidroximetilo, hidroxietilo, hidroxipropilo o hidroxibutilo. También pueden utilizarse en la invención mezclas de diferentes fosfatos de trialquilo. Los tres grupos alquilo del fosfato de trialquilo pueden ser iguales. El fosfato de trialquilo es deseablemente fosfato de trietilo (TEP, por sus siglas en inglés).

15 “Espuma de poliuretano” incluye además espuma de poliisocianurato, espuma de poliisocianurato modificada con uretano, espuma de poliuretano-poliurea y espuma de poliisocianurato-poliuretano-poliurea. “Espuma de poliuretano rígida” típicamente es una espuma termoestable de celda cerrada, celular, altamente entrecruzada.

Una espuma de poliuretano se prepara a partir de una composición formadora de espuma de poliuretano. “Composición formadora de espuma de poliuretano” comprende al menos un polioliol, al menos un isocianato, un agente de soplado y aditivos auxiliares. El fosfato de trialquilo se incluye en la espuma de poliuretano mediante la incorporación del fosfato de trialquilo en una composición formadora de espuma de poliuretano y después formando una espuma de poliuretano a partir de la composición formadora de espuma de poliuretano. La concentración del fosfato de trialquilo deseablemente es de 3 por ciento en peso (% en peso) o superior, preferiblemente de 3,5% en peso o superior, más preferiblemente de 5% en peso o superior y todavía más preferiblemente de 10% en peso o superior y, simultáneamente, es deseablemente de 25% en peso o inferior, preferiblemente de 20% en peso o inferior, y todavía más preferiblemente de 15% en peso o inferior, basada en el peso de la espuma de poliuretano.

25 Un polioliol es un compuesto que contiene dos o más grupos reactivos isocianato, generalmente grupos de hidrógeno activo, tales como -OH, aminas primarias o secundarias, y -SH. Generalmente, el polioliol puede presentar una funcionalidad (número medio de grupos de isocianato reactivo/molécula) de 2 o superior, preferiblemente de 3 o superior y, simultáneamente, deseablemente de 12 o inferior, preferiblemente de 10 o inferior y todavía más preferiblemente de 8 o inferior. El polioliol puede presentar un número de hidroxilos de 30 o superior, preferiblemente de 150 o superior, más preferiblemente de 180 o superior y simultáneamente, deseablemente, de 3.000 o inferior, preferiblemente de 1.500 o inferior, más preferiblemente de 800 o inferior y todavía más preferiblemente de 700 o inferior. El polioliol también puede ser un polioliol o una combinación de más de un polioliol.

35 Entre los ejemplos de polioles adecuados se incluyen polioles poliéter, polioles poliéster, resinas acetal terminadas en polihidroxilo, polioles basados en carbonato de polialquileo, aminas y poliaminas terminadas en hidroxilo. Ejemplos de estos y otros materiales reactivos con isocianato se describen más completamente en, por ejemplo, la patente US nº 4.394.491. Entre los polioles pueden incluirse además polioles poliméricos. En un polioliol polimérico, las partículas de polímero se dispersan en el polioliol a base de petróleo convencional. Tales partículas de polímero son bien conocidas por el experto en la materia, incluyendo, por ejemplo, partículas de estireno-acrilonitrilo (SAN), productos de poliadicción de poliisocianato (PIPA) o polioles poliurea (PHD), acrilonitrilo (ACN), poliestireno (PS), metacrilonitrilo (MAN), poliurea (PHD) y metacrilato de metilo (MMA).

Los polioles pueden incluir al menos un polioliol de polioalquileo con un peso equivalente en un intervalo de 20 a 2.500 (los intervalos presentados en la presente memoria incluyen los extremos). Tales polioles pueden presentar una funcionalidad nominal combinada de 2 a 10. Los polioles pueden ser, por ejemplo, homopolímeros de poli(óxido de propileno), homopolímeros de poli(óxido de etileno), copolímeros aleatorios de óxido de propileno y óxido de etileno en los que el contenido de poli(óxido de etileno) es de, por ejemplo, 1% en peso a 50% en peso, homopolímeros de poli(óxido de propileno) con extremo de óxido de etileno y copolímeros aleatorios con extremo de óxido de etileno de óxido de propileno y óxido de etileno. Los polioles pueden iniciarse con, por ejemplo, agua, ácidos dicarboxílicos orgánicos, tales como ácido succínico, ácido adípico, ácido ftálico, ácido tereftálico o alcoholes polihídricos (tales como alcoholes dihidricos a pentahídricos o dialquilenglicoles), por ejemplo, etanodiol, 1,2-propanodiol y 1,3-propanodiol, dietilenglicol, dipropilenglicol, 1,4-butanodiol, 1,6-hexanodiol, glicerol, trimetilolpropano, pentaeritritol, sorbitol y sacarosa o mezclas de los mismos; compuestos de amina lineal y cíclica que pueden contener además una amina terciaria, tal como etanoldiamina, trietanoldiamina y diversos isómeros de tolueno diamina, metildifenilamina, aminoetilpiperazina, etilendiamina, N-metil-1,2-etanodiamina, N-metil-1,3-propanodiamina, N,N-dimetil-1,3-diaminopropano, N,N-dimetiletanolamina, dietilén-triamina, bis-3-aminopropil-metilamina, anilina, aminoetil-etanolamina, 3,3-diamino-N-metilpropilamina, N,N-dimetildipropilentriamina, aminopropil-imidazol y mezclas de los mismos, o una combinación de al menos dos de ellos. Entre los ejemplos se incluyen polioliol de marca SPECFLEX™ NC630 (SPECFLEX es una marca comercial de The Dow Chemical Company), SPECFLEX™ NC 632, VORALUX™ polioliol de marca HF 505 (VORALUX es una marca comercial de The Dow Chemical Company), polioliol de marca VORANOL™ 280 (VORANOL es una marca comercial de The Dow Chemical Company), polioliol de marca VORANOL CP1421, polioliol de marca VORANOL CP700, polioliol de marca VORANOL CP1055, polioliol de marca VORANOL CP260, polioliol de marca VORANOL CP450, polioliol de marca VORANOL CP 6001, polioliol de marca VORANOL IP585, polioliol de

marca VORANOL RA800, poliol de marca VORANOL RA640, poliol de marca VORANOL RH360, poliol de marca VORANOL RN411, poliol de marca VORANOL RN482 y poliol de marca VORANOL RN490, todos disponibles de The Dow Chemical Company. El poliol puede comprender cualquiera o una combinación de más de uno de los polioles que se enseñan en la presente memoria.

- 5 En algunas realizaciones, los polioles pueden iniciarse con glicerol, sacarosa, sorbitol o una combinación de al menos dos de ellos. La composición de poliol puede incluir polioles de polioxietilén-polioxipropileno iniciados con una mezcla de glicerol y sacarosa y con un peso equivalente de 1.000 a 2.500 y un porcentaje de polioxietileno de 15 a 40% en peso, tal como el poliol de marca VORANOL 280 disponible de The Dow Chemical Company.

10 Entre los polioles de poliéster se incluyen productos de reacción de ácidos policarboxílicos o sus anhídridos con alcoholes polihídricos. Los ácidos o anhídridos policarboxílicos pueden ser alifáticos, cicloalifáticos, aromáticos y/o heterocíclicos. Entre los ejemplos de ácidos policarboxílicos se incluyen ácido oxálico, ácido malónico, ácido succínico, ácido glutárico, ácido adípico, ácido pimélico, ácido subérico, ácido azelaico, ácido sebácico, ácido maleico, ácido fumárico, ácido glutacónico, ácido α -hidromucónico, ácido β -hidromucónico, ácido α -butil- α -etil-glutárico, ácido α,β -dietilsuccínico, ácido isoftálico, ácido tereftálico, ácido hemimelítico y ácido 1,4-ciclohexano-dicarboxílico. Ejemplos de alcohol polihídrico adecuado, incluyendo tanto alifáticos como aromáticos, pueden ser, por ejemplo, etilenglicol, 1,3-propilenglicol, 1,2-propilenglicol, 1,4-butilenglicol, 1,3-butilenglicol, 1,2-butilenglicol, 1,5-pentanodiol, 1,4-pentanodiol, 1,3-pentanodiol, 1,6-hexanodiol, 1,8-octanodiol, neopentilglicol, ciclohexano dimetanol, 1,7-heptanodiol, glicerol, 1,1,1-trimetilolpropano, 1,1,1-trimetiloleetano, hexano-1,2,6-triol, α -metil-glucósido, pentaeritritol, quinitol, manitol, sorbitol, sacarosa, metilglucósido, dietilenglicol, trietilenglicol, tetraetilenglicol, dipropilenglicol, dibutilenglicol o mezclas de los mismos. Se incluyen además compuestos derivados de fenoles, tales como 2,2-(4,4'-hidroxifenil)propano, conocidos comúnmente como bisfenol A, sulfuro de bis(4,4'-hidroxifenilo) y bis-(4,4'-hidroxifenil)sulfona.

15 Resulta deseable utilizar polioles poliéster o poliéster iniciados con aromático o mezclas de los mismos debido a que tienden a proporcionar una mejor resistencia a la llama que otros polioles. Entre los polioles poliéster aromáticos se incluyen, por ejemplo, los polioles a base de tolueno diamina (TDA), las resinas epoxi Novolak o los iniciadores de base de Mannich. En una realización, se utiliza un poliol poliéster de tipo Novolak, que es un aducto de óxido de alquileño de una resina fenol-formaldehído parcialmente hidrolizada.

20 Los polioles reaccionan con isocianatos para formar poliuretanos. "Isocianato" se refiere a cualquier compuesto, incluyendo polímeros, que contiene al menos un grupo isocianato, tal como monoisocianatos y poliisocianatos, que son reactivos con el poliol o mezcla del mismo. Los compuestos poliisocianato o mezcla de los mismos presentan una media de dos o más, preferiblemente una media de 2,5 a 4,0 grupos/moléculas de isocianato. Los compuestos isocianato pueden ser aromáticos, alifáticos, cicloalifáticos o mezclas de los mismos.

25 Entre los ejemplos de isocianatos aromáticos adecuados se incluyen isómeros 4,4'-, 2,4'- y 2,2'-diisocianato de difenilmetano (MDI, por sus siglas en inglés) y sus mezclas isoméricas, isómeros 2,6'-diisocianato de tolueno, 2,4'- y 2,6'-diisocianato de tolueno (TDI) y sus mezclas isoméricas, m- y p-feniléndiisocianato, clorofenilén-2,4'-diisocianato, difenilén-4,4'-diisocianato, 4,4'-diisocianato-3,3'-dimetildifenilo, 3-metildifenil-metano-4,4'-diisocianato y difenileterdiisocianato y 2,4,6-triisocianatotolueno y 2,4,4'-triisocianatodifenil-éter, tris-(4-isocianatofenil)metano, triisocianato de tolueno-2,4,6-triilo, poliisocianato de alquilarilo, tal como diisocianato de xileno, 4,4'-dimetildifenilmetano-2,2',5',5'-tetra(isocianato), un poliisocianato en bruto, tal como diisocianato de tolueno en bruto y difenil-diisocianato de metileno en bruto o mezclas de los mismos, polifenilisocianato de polimetileno (comúnmente conocido como MDI polimérico, PMDI, por sus siglas en inglés), diisocianato de m-fenileno, naftileno-1,5'-diisocianato, 1-metoxifenil-2,4'-diisocianato, diisocianato de difenilmetano-4,4'-bifenileno, diisocianato de 3,3'-dimetoxi-4,4'-bifenilo, diisocianato de 3,3'-dimetil-4,4'-bifenilo, 3,3'-dimetildifenilmetano-4,4'-diisocianato, diisocianato de isoforona, 1,3-bis-(isocianatometil)benceno, cumeno-2,4'-diisocianato, diisocianato de 4-metoxi-1,3-fenileno, diisocianato de 4-etoxi-1,3-fenileno, éter 2,4'-diisocianatodifenílico, diisocianato de 5,6-dimetil-1,3-fenileno, diisocianato de 2,4-dimetil-1,3-fenileno, éter 4,4'-diisocianatodifenílico, diisocianato de bencidina, diisocianato de 4,6-dimetil-1,3-fenileno, diisocianato de 9,10-antraceno, 4,4'-diisocianatodibencilo, 3,3'-dimetil-4,4'-diisocianatodifenilmetano, 2,6'-dimetil-4,4'-diisocianatodifenilo y mezclas de los mismos.

30 Entre los ejemplos de isocianatos alifáticos adecuados se incluyen, por ejemplo, diisocianato de etileno, diisocianato de 1,6-hexametileno, diisocianato de 1,4-tetrametileno, diisocianato de isoforona, 1,4'-diisocianato de ciclohexano, diisocianato de 4,4'-diclohexilmetano, 1,3-bis(isocianatometil)ciclohexano, 1,4-bis(isocianatometil)ciclohexano, diisocianato de hexahidrotolileno (todos los isómeros), análogos saturados de los isocianatos aromáticos anteriormente mencionados, y mezclas de los mismos.

35 El isocianato puede comprender una mezcla de los isocianatos. Por ejemplo, mezclas disponibles comercialmente de isómeros 2,4 y 2,6 de diisocianatos de tolueno, mezclas de MDI polimérico y monomérico (tales como mezclas de diisocianatos de tolueno y PMDI, mezclas de diisocianatos de difenilmetano y PMDI) y mezclas TDI/MDI. Además, también resultan útiles poliisocianatos modificados (tales como ésteres que contienen poliisocianatos, ureas, biurets, afofanatos y, preferiblemente, carbodiimidas y/o uretonomas, y diisocianatos y poliisocianatos que contienen grupo isocianurato y/o uretano), prepolímeros a base de isocianato, cuasi- (o semi-)prepolímeros y mezclas de los mismos. También resultan adecuados los poliisocianatos de funcionalidad más elevada, tales como dímeros, y particularmente oligómeros terminados en NCO de isocianatos que contienen anillos isocianato, así como prepolímeros y mezclas de

los isocianatos anteriormente indicados.

En la producción de espumas rígidas, los poliisocianatos pueden incluir, por ejemplo, MDI, MDI polimérico, un prepolímero de MDI, un prepolímero de MDI polimérico, un MDI modificado (tal como diisocianato de difenilmetano modificado con policarbodiimida) y mezclas de los mismos. También pueden utilizarse poliisocianatos aromáticos. Los poliisocianatos preferentes son los productos de MDI poliméricos, los cuales son una mezcla de poliisocianatos de polimetilén-polifenileno en MDI monomérico. Los productos de MDI polimérico pueden presentar un contenido de MDI libre de 5% a 50% en peso, más preferiblemente de 10% a 40% en peso. Tales productos de MDI polimérico se encuentran disponibles de The Dow Chemical Company bajo las marcas comerciales PAPI™ y VORANATE™. En una realización, el poliisocianato es un producto de MDI polimérico que presenta una funcionalidad isocianato media de 2,6 a 3,3 grupos isocianato/molécula y un peso equivalente de isocianato de 130 a 170. Los productos comercialmente disponibles adecuados incluyen PAPI 27, VORANATE M229, VORANATE 220, VORANATE 290, VORANATE M595 y VORANATE M600, todos de The Dow Chemical Company.

Para la producción de espumas de poliuretano, la composición formadora de espuma de poliuretano comprende al menos un isocianato y al menos un polioli. Un índice de isocianato es deseablemente de 30 o superior, preferiblemente de 80 o superior y, simultáneamente, es deseablemente de 150 o inferior, preferiblemente de 130 o inferior. Para la producción de una espuma de poliisocianurato, el isocianato se encuentra presente en una cantidad que proporciona un índice de isocianato deseablemente de 150 o superior, preferiblemente de 200 o superior, todavía más preferiblemente de 240 o superior y, simultáneamente, deseablemente de 600 o inferior, preferiblemente de 500 o inferior, y todavía más preferiblemente de 400 o inferior. El índice de isocianato se calcula como el número de grupos isocianato dividido por el número de átomos de hidrógeno reactivos con isocianato en una formulación (incluyendo los contenidos en agentes de soplado reactivos con isocianato, tales como el agua) y multiplicando por 100. Por tanto, el índice de isocianato expresa la cantidad de isocianato realmente utilizada en una formulación, dividido por la cantidad de isocianato teóricamente requerida para reaccionar con la cantidad de hidrógeno reactivo con isocianato utilizada en una formulación y multiplicado por 100.

En la composición formadora de espuma de poliuretano se encuentra incluido además un agente de soplado. Pueden utilizarse en la invención diferentes tipos de agentes de soplado, incluyendo agentes de soplado físicos (tales como agentes de soplado hidrofluorocarburo e hidrocarburo), agentes de soplado químicos y mezclas de los mismos.

Ejemplos de agentes de soplado de hidrofluorocarburo adecuados incluyen HCFC-142b (1-cloro-1,1-difluoroetano), HCFC-141b (1,1-dicloro-1-fluoroetano), HCFC-22 (clorodifluoro-metano), HFC-245fa (1,1,1,3,3-pentafluoropropano), HFC-365mfc (1,1,1,3,3-penta-fluorobutano), HFC-227ea (1,1,1,2,3,3,3-heptafluoropropano), HFC-134a (1,1,1,2-tetrafluoroetano), HFC-125 (1,1,1,2,2-pentafluoroetano), HFC-143 (1,1,2-trifluoroetano), HFC 143A (1,1,1-trifluoroetano), HFC-152 (1,1-difluoroetano), HFC-227ea (1,1,1,2,3,3,3-heptafluoropropano), HFC-236ca (1,1,2,2,3,3-hexafluoropropano), HFC 236fa (1,1,1,3,3,3-hexafluoroetano), HFC 245ca (1,1,2,2,3-pentafluoropentano), HFC 356mff (1,1,1,4,4,4-hexafluorobutano), HFC-365mfc (1,1,1,3,3-pentafluorobutano) y mezclas de los mismos. Ejemplos de agentes de soplado hidrocarburos incluyen, por ejemplo, butano, isobutano, 2,3-dimetilbutano, isómeros de n-pentano e i-pentano, isómeros de hexano, isómeros de heptano y cicloalcanos, incluyendo ciclopentano, ciclohexano, cicloheptano y combinaciones de los mismos. De entre los agentes de soplado hidrocarburos resultan preferentes, ciclopentano, n-pentano e isopentano. En una realización, entre los agentes de soplado se incluyen los compuestos de hidrofluorocarburo. La cantidad de hidrocarburo o hidrofluorocarburo depende de la densidad deseada de la espuma y es deseablemente una (1) parte o más, preferiblemente 5 partes o superior, todavía más preferiblemente 10 partes en peso o superior y, simultáneamente, es deseablemente de 40 partes o inferior, preferiblemente de 35 partes o inferior y todavía más preferiblemente de 30 partes en peso o inferior, respecto a 100 partes de los polioles.

El agente de soplado puede incluir o consistir en un agente de soplado químico, tal como ácido fórmico, otro ácido carboxílico o agua. La cantidad de agua en peso puede ser de 0,1 partes o más, preferiblemente de 0,5 partes o más, y simultáneamente, 50 partes o menos, preferiblemente 20 partes o menos, respecto a 100 partes de los polioles.

En una realización, puede utilizarse para producir la espuma una combinación de agua y un agente de soplado físico. La cantidad de agua, en caso de hallarse presente como agente de soplado adicional, en peso es deseablemente de 2 partes o superior, preferiblemente de 3 partes o superior, todavía más preferiblemente de 5 partes o superior y, simultáneamente, es deseablemente de 40 partes o inferior, preferiblemente de 30 partes o inferior, más preferiblemente de 25 partes o inferior, y todavía más preferiblemente de 20 partes o inferior. En una realización, durante la preparación de una espuma de poliisocianurato, con el fin de facilitar y proporcionar características de procesamiento deseables, la cantidad de agua en peso puede ser de 2 partes o inferior, preferiblemente de 1,5 partes o inferior, respecto a 100 partes de los polioles.

La formulación formadora de espuma de poliuretano puede contener opcionalmente aditivos auxiliares, incluyendo, por ejemplo, catalizadores, surfactantes, agentes entrecruzantes, emulsionantes, surfactantes de silicona, conservantes, colorantes, antioxidantes, agentes de refuerzo, incluyendo espuma de poliuretano reciclada en forma de polvos.

Pueden utilizarse ejemplos de catalizadores de uretano adecuados, incluyendo compuestos de amina terciaria, aminas

con grupos reactivos isocianato y compuestos organometálicos. Ejemplos de compuestos de amina terciaria incluyen trimetilamina, trietilamina, N-metilmorfolina, N-etilmorfolina, N-coco-morfolina, morfolina, N,N-dimetilciclohexilamina, pentametildietilentriamina, tetrametiletildiamina, bis(dimetilaminoetil)éter, 3-metoxi-N-dimetilpropilamina, dimetiletanolamina, N,N-dimetil-N',N'-dimetil-isopropilpropilendiamina, N,N-dietil-3-dietilamino-propilamina, N,N-dimetilbencilamina, N,N-dimetiletanolamina, N,N-dimetilpiperazina, 1-metil-4-dimetilaminoetil-piperazina, 1,4-diazobis[2,2,2]octano, bis(dimetilaminoetil)éter, bis(2-dimetilaminoetil)éter, N,N-dimorfolino-dietiléter, 4,4'-(oxidi-2,1-etanodiol)bis(pentametildiamina), y mezclas de los mismos. Ejemplos de catalizadores organometálicos incluyen compuestos de bismuto, plomo, estaño, titanio, hierro, antimonio, uranio, cadmio, cobalto, torio, aluminio, mercurio, cinc, níquel, cerio, molibdeno, vanadio, cobre, manganeso, circonio y combinaciones de los mismos. Entre los catalizadores de organoestaño se incluyen, por ejemplo, octoato estanoso, oleato estanoso, cloruro estánico, dilaurato de dimetilestaño y dilaurato de dibutilestaño.

Una mezcla de al menos un catalizador que estimula la reacción del agua con un poliisocianato, y/o al menos otro catalizador que estimula la reacción del poliol(es) con el poliisocianato. También puede utilizarse un catalizador de trimerización para estimular la reacción de trimerización de isocianatos para formar grupos de isocianurato. Los catalizadores de trimerización pueden ser cualesquiera conocidos por el experto en la materia, incluyendo sales de glicina, catalizadores de trimerización de amina terciaria, alcóxidos de metal alcalino, sales de ácido carboxílico de metal alcalino, y mezclas de los mismos. Ejemplos de los catalizadores de trimerización incluyen, por ejemplo, sales de amonio cuaternario, 2,4,6-(N,N-dimetilaminometil)fenoles, hexahidrotiazinas, sales potásicas de ácidos carboxílicos, tales como octoato de potasio, acetato de potasio y mezclas de los mismos. Entre los catalizadores de trimerización representativos pueden incluirse los disponibles comercialmente de Air Products and Chemicals, Inc., incluyendo, por ejemplo, DABCO™ TMR (DABCO es una marca comercial de Air Products and Chemicals, Inc.), DABCO TMR-2, DABCO TMR-3, DABCO TMR-4 y DABCO K15. En una realización, los catalizadores de trimerización (tales como los catalizadores a base de potasio) se incluyen en la producción de espumas de poliisocianurato. El catalizador de trimerización se utiliza generalmente en una cantidad que proporciona la trimerización de grupos isocianato, comprendida entre 0,2 y 10 por ciento en peso de los polioles presentes en la composición formadora de espuma de poliuretano. En la preparación de las espumas de poliisocianurato, habitualmente se requieren cantidades relativamente grandes de catalizadores de trimerización para producir la trimerización necesaria para formar grupos isocianurato.

La cantidad de catalizadores se selecciona para proporcionar una velocidad de reacción deseada. La cantidad que se utiliza dependerá en cierta medida del catalizador particular. Generalmente, la cantidad de catalizador en peso es deseablemente de 0,1% o superior, preferiblemente de 1% o superior, todavía más preferiblemente de 1,5% o superior y, simultáneamente, deseablemente es de 30% o inferior, preferiblemente de 13% o inferior y todavía más preferiblemente de 10% o inferior, respecto al peso de los polioles.

La composición formadora de espuma de poliuretano puede incluir opcionalmente un tensioactivo. Ejemplos de tensioactivos adecuados incluyen, por ejemplo, tensioactivos de silicona, incluyendo copolímeros de polisiloxano/poliéter disponibles comercialmente y tensioactivos de poliéter no iónicos. El tensioactivo puede utilizarse en una cantidad convencional, deseablemente 0,5 partes o superior, preferiblemente 1,5 partes o superior y, simultáneamente, deseablemente 10 partes o inferior, preferiblemente 4 partes o inferior, por cada 100 partes en peso del poliol. La composición formadora de espuma de poliuretano puede incluir opcionalmente uno o más extensores de cadena y/o entrecruzantes. Los entrecruzantes pueden presentar al menos tres grupos reactivos con isocianato por molécula y un peso equivalente por grupo reactivo con isocianato inferior a 400.

Ejemplos de entrecruzantes adecuados pueden incluir dietanolamina, monoetanolamina, trietanolamina, mono-, di- o tri-(isopropanol)amina, glicerina, trimetilolpropano, pentaeritritol y sorbitol. En caso de hallarse presente, la cantidad de los entrecruzantes típicamente es de 0,1% en peso o superior, preferiblemente de 0,5% en peso o superior y, simultáneamente, típicamente de 10% en peso o inferior, preferiblemente de 3% en peso o inferior, respecto al peso de los polioles. El extensor de cadena puede presentar dos grupos reactivos con isocianato por molécula y un peso equivalente por grupo reactivo con isocianato inferior a 400. Ejemplos de extensores de cadena adecuados pueden incluir, por ejemplo, etilenglicol-amina, dietilenglicol, 1,2-propilenglicol, dipropilenglicol, tripropilenglicol, etilendiamina, fenilendiamina, bis(3-cloro-4-aminofenil)metano y 2,4-diamino-3,5-dietiltolueno. En caso de hallarse presentes, los extensores de cadena típicamente se encuentran en una cantidad de 1% en peso o superior, preferiblemente de 3% en peso o superior y, simultáneamente, típicamente de 50% en peso o inferior, preferiblemente de 25% en peso o inferior, respecto al peso de los polioles.

La composición formadora de espuma de poliuretano puede encontrarse libre de (es decir, no contener) cargas inorgánicas, en particular cargas inorgánicas a base de metal, para una fácil procesabilidad. Sin embargo, si se incluyen cargas inorgánicas, los ejemplos incluyen hidrato de metal (tal como trihidrato de alúmina e hidróxido de magnesio), sales de cinc (tales como borato de cinc y estanato de cinc), óxido de antimonio y compuestos que contienen molibdeno (tales como molibdatos, cualesquiera sales de ácido molibdico) y mezclas de los mismos. Además, puede incluirse un compuesto dicitlopentadienil-hierro en la composición formadora de espuma de poliuretano. El compuesto dicitlopentadienil-hierro y el fosfato de trialquilo pueden mezclarse entre sí antes de la adición a una composición formadora de espuma de poliuretano; esto inesperadamente evita el problema de conseguir una distribución uniforme de la pequeña cantidad de compuesto de dicitlopentadienil-hierro en una espuma producida a partir de la composición formadora de espuma de poliuretano. Inesperadamente, la combinación del compuesto de

diciclopentadienil-hierro y el fosfato de triálquilo mejora adicionalmente la propiedad de supresión de humo de la espuma de poliuretano, lo que puede deberse a la buena disolubilidad del compuesto diciclopentadienil-hierro en el fosfato de triálquilo. Por tanto, la distribución uniforme del compuesto diciclopentadienil-hierro resulta deseable para conseguir una supresión de humo óptima. Entre los compuestos de diciclopentadienil-hierro se incluyen diciclopentadienil-hierro (también conocido como ferroceno), derivados de diciclopentadienil-hierro y mezclas de los mismos. Ejemplos de derivados de diciclopentadienil-hierro adecuados incluyen etildiciclopentadienil-hierro, n-butildiciclopentadienil-hierro, t-butildiciclopentadienil-hierro, 2,2-di(etildiciclopentadienil-hierro)-propano, n-octildiciclopentadienil-hierro, butirildiciclopentadienil-hierro, diacetildiciclopentadienil-hierro, dibutirildiciclopentadienil-hierro, N,N-dimetilaminometil-ferroceno y mezclas de los mismos. En una realización, puede utilizarse diciclopentadienil-hierro. La cantidad del compuesto de diciclopentadienil-hierro deseablemente puede ser de 0,01% en peso o superior, preferiblemente de 0,1% en peso o superior, todavía más preferiblemente de 0,2% en peso o superior, y simultáneamente, deseablemente de 1% en peso o inferior, preferiblemente de 0,8% en peso o inferior y todavía más preferiblemente de 0,7% en peso o inferior, respecto al peso de la espuma de poliuretano.

Se preparó una espuma de poliuretano a partir de una composición formadora de espuma de poliuretano. En general, una espuma de poliuretano puede prepararse reuniendo los diversos componentes de la composición formadora de espuma de poliuretano bajo condiciones tales que el polioliol(es) e isocianato(s) reaccionen, mientras que el agente de soplado provoca que la composición se expanda.

Los componentes de la composición formadora de espuma de poliuretano pueden mezclarse entre sí de cualquier manera conveniente, por ejemplo mediante el uso de cualquiera de los equipos de mezcla descritos en la técnica anterior para este fin, tales como un aparato de pulverización, un cabezal de mezcla con o sin un mezclador estático, o un recipiente, y después pulverizar o de otro modo depositar la mezcla en reacción sobre un sustrato. La espuma puede formarse mediante el denominado método del prepolímero, en el que un exceso estequiométrico del poliisocianato en primer lugar se hace reaccionar con el polioliol(es) de peso equivalente elevado para formar un prepolímero, que en una segunda etapa se hace reaccionar con un extensor de cadena y/o agua para formar la espuma deseada. También resultan adecuados los métodos de expansión. Pueden resultar preferidos los denominados métodos 'one-shot'. En tales métodos one-shot, el poliisocianato y todos los compuestos reactivos con poliisocianato se agrupan simultáneamente y se provoca que reaccionen. La espuma rígida también puede producirse en la forma de material esponjado en bloques, molduras, relleno de cavidades, espuma pulverizada, espuma expandida o láminas con otro material, tal como papel, metal, plástico o tablero de madera. Las espumas flexibles son de crecimiento libre o moldeadas.

En general, las espumas rígidas pueden producirse mediante procedimientos discontinuos o continuos, incluyendo el procedimiento denominado generalmente procedimiento de panel discontinuo (DCP, por sus siglas en inglés) y laminación continua, llevando a cabo la reacción de espumado y posterior curado en moldes o sobre cintas transportadoras. La densidad de la espuma resultante puede ser de 10 kg/m³ o superior, preferiblemente de 15 kg/m³ o superior, más preferiblemente de 17 kg/m³ o superior, lo más preferiblemente de 30 kg/m³ o superior, y simultáneamente, típicamente 200 kg/m³ o inferior, preferiblemente 90 kg/m³ o inferior, más preferiblemente de 80 kg/m³ o inferior, y todavía más preferiblemente de 70 kg/m³ o inferior.

Las aplicaciones de las espumas de poliuretano producidas por la invención son las conocidas en la industria. Por ejemplo, se utilizan espumas rígidas en la industria de la construcción y para el aislamiento de aparatos tales como frigoríficos. Las espumas flexibles se utilizan en aplicaciones tales como mobiliario, suelas de calzado, asientos de automóvil, parasoles, volantes, reposabrazos, paneles para puertas, piezas de aislamiento acústico y salpicaderos.

Ejemplos

Los ejemplos siguientes ilustran realizaciones de la presente invención. Todas las partes y porcentajes son en peso, a menos que se indique lo contrario.

El polioliol VORANOL 280 es un polioliol copolímero aleatorio de polioxietileno/polioxipropileno con un peso equivalente de 1.795, iniciado con una mezcla de glicerol y sacarosa, con una funcionalidad nominal de 6,9, disponible en The Dow Chemical Company.

El polioliol STEPANPOL™ PS 2352 (STEPANPOL es una marca comercial de Stephan Company) es un polioliol aromático a base de ortoftalato-dietilenglicol con un valor de hidroxilo informado de 240, con una funcionalidad media de 2, disponible en Stephan Company.

El polioliol STEPANPOL PS 1922 es un polioliol poliéster aromático con una funcionalidad media de 2 y valor de OH de 190 mg KOH/g, disponible en Stephan Company. El polioliol VORANOL IP 585 es un polioliol polioxipropilén-polioxietileno iniciado con resina aromática (polioliol de tipo Novolak) con número de hidroxilo medio de 210 y funcionalidad media de 3,3, disponible en The Dow Chemical Company.

MEG (monoetilenglicol) presenta un valor de OH de 1.800 mg KOH/g y de funcionalidad de 2, disponible en Shanxi Tianshili Import y Export Co. Ltd.

PAPI 27 PMDI es una mezcla polimérica de diisocianato de metilén-difenilo con una funcionalidad de 2,7, disponible

en The Dow Chemical Company.

TEP (fosfato de trietilo) se encuentra disponible en JCIG Jilin City Lianhua Welfare Chemical Industry Factory.

T CPP (fosfato de tris-(2-cloro isopropilo)) se encuentra disponible en Zhangjiagang Changyu Chemical Co., Ltd.

RDP (bis(difenilfosfato) de resorcinol) es un retardante de llama disponible en Sinopharm Chemical Reagent Co., Ltd.

5 TBEP (fosfato de tributoxietilo) se encuentra disponible en Zhangjiagang Dongsha Chemical Co., Ltd.

DMMP (fosfonato de dimetilmetilo) es un retardante de llama disponible en Sinopharm Chemical Reagent Co., Ltd.

DEEP (fosfonato de dietiletilo) es un retardante de llama disponible en Albermarle Chemical.

HCFC-141b es 1,1-dicloro-1-fluoroetano, que es un agente de soplado disponible en Zhejiang Sanmei.

10 El catalizador DABCO K-15 es una solución de octoato de potasio en dietilenglicol, disponible en Air Products and Chemicals.

El catalizador POLYCAT™ 5 (POLYCAT es una marca comercial de Air Products and Chemicals, Inc.) es pentametil dietilén-triamina, disponible en Air Products and Chemicals.

El catalizador DABCO TMR-2 es formato de 2-hidroxipropil trimetilamonio en dipropilenglicol, disponible en Air Products and Chemicals.

15 El catalizador PC CAT™ NP40 es 1,3,5-tris(3-dimetil-aminopropil)hexahidrotiazina, disponible en Performance Chemicals (PC CAT es una marca comercial de Performance Chemicals Handels GmbH).

El catalizador KAC es acetato de potasio en dietilenglicol, disponible en DaJiang Chemical Company

El tensioactivo DABCO DC193 es un tensioactivo a base de polisiloxano disponible en Air Products and Chemicals.

El tensioactivo DABCO DC5598 es un tensioactivo a base de polisiloxano disponible en Air Products and Chemicals.

20 Ferroceno es dicitlopentadienil-hierro, disponible en Sinopharm Chemical Reagent Co., Ltd.

Alfa-metil-estireno es un estabilizador disponible en Quimidroga S.A.

Ejemplos 1 a 4

25 Se prepararon espumas rígidas de poliuretano mediante experimentos de mezcla manual realizados en una taza de plástico basadas en las formulaciones mostradas en la Tabla 1. Se mezcló el fosfato de trietilo con PS 2352, PS 1922 y VORANOL 280, seguido de un minuto de mezcla a 3.000 rpm. A continuación, se añadieron otros aditivos (K-15, PC-5, DC193, agua desionizada y HCFC-141b), seguido de otro minuto de mezcla a 3.000 rpm. Finalmente, se añadió PMDI mezclando a alta velocidad (3.000 a 4.000 rpm) durante 6 segundos. La mezcla reactante obtenida
30 seguidamente se vertió en una caja abierta para el espumado y produjo, durante el curso de un minuto, una espuma rígida. Las espumas rígidas se cortaron en especímenes para los ensayos de densidad de humo según la norma ASTM D2843-1999, realizados utilizando un aparato JCY-2. Para cada muestra, se sometieron a ensayo 5 probetas. Cada probeta se expuso a una llama durante 4 minutos, después se registró la densidad de humo máxima (MSD) y la evaluación de densidad de humo (SDR).

35 Las espumas rígidas se cortaron en probetas (250 mm x 90 mm x 20 mm) para los ensayos de resistencia a la llama según la norma alemana nº Din 4102 B2 en una cámara estándar ISO 11925. Las probetas se acondicionaron a 23°C±2°C y humedad relativa de 50±2% durante al menos 24 horas antes de los ensayos de resistencia a la llama. Para cada formulación, se sometieron a ensayo 5 probetas. Se expuso cada probeta a una llama durante 15 segundos y después se registró el tiempo de combustión residual (AFT), la altura máxima de llama (FH) y el rendimiento de goteo.

Ejemplo 5

40 Basándose en las formulaciones mostradas en la Tabla 1, las espumas de poliuretano en el Ejemplo 5 se prepararon tal como en el Ejemplo 1, excepto en que se añadió además ferroceno y se mezcló en TEP antes de la mezcla con los polioles.

Ejemplos comparativos 1 a 6

45 Basándose en las formulaciones mostradas en la Tabla 2, se prepararon espumas de poliuretano en los Ejemplos comparativos 1 a 6 tal como en el Ejemplo 1, excepto en que no se añadió retardante de llama (Ejemplo comparativo 1), T CPP (Ejemplo comparativo 2), RDP (Ejemplo comparativo 3), TBEP (Ejemplo comparativo 4), DMMP (Ejemplo comparativo 5) o DEEP (Ejemplo comparativo 6) en lugar de TEP.

ES 2 714 250 T3

5 Tal como se muestra en las Tablas 1 y 2, todas las espumas de poliuretano que incorporaban retardantes de llama mostraron una altura de llama menor en el ensayo DIN 4102 que la espuma de poliuretano que no contenía retardante de llama. Inesperadamente, los resultados muestran que el fosfato de trietilo proporciona valores más bajos de MSD y SDR incluso a una carga menor (Ejemplos 1 a 4 con contenidos de TEP de 3,47% en peso, 4,63% en peso, 5,79% en peso, 11,57% en peso respecto al peso de espuma de PU, respectivamente), en comparación con TCPF que contiene halógeno, RDP que contiene aromático, fosfato de tributoxietilo, metilfosfonato de dimetilo y fosfonato de dietiletilo (Ejemplos comparativos 2 a 6, respectivamente). En particular, el Ejemplo 3 reduce significativamente la densidad de humo de la espuma en 19% o más en comparación con los fosfatos y fosfonatos comparativos. Por tanto, la adición de TEP puede mejorar significativamente la propiedad de supresión de humo de las espumas de poliuretano. 10 El Ejemplo 5 muestra que la adición de TEP junto con ferroceno reduce adicionalmente la densidad de humo de la espuma de poliuretano.

Tabla 1. Formulaciones y propiedades de las espumas de poliuretano rígidas

		Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo 3	Ejemplo 4	Ejemplo 5
PS 2352 (g)		26,15	26,15	26,15	26,15	26,15
PS 1922 (g)		26,13	26,13	26,13	26,13	26,13
V 280 (g)		13,17	13,17	13,17	13,17	13,17
K-15 (g)		1,30	1,30	1,30	1,30	1,30
PC-5 (g)		0,30	0,30	0,30	0,30	0,30
DC193 (g)		2,00	2,00	2,00	2,00	2,00
Agua desionizada (g)		0,55	0,55	0,55	0,55	0,55
HCFC-141b (g)		15,40	15,40	15,40	14,40	15,40
TEP (g)		9	12	15	30	15
Ferroceno (g)						1,5
Índice de isocianato		360	360	360	360	360
PMDI (g)		160	160	160	160	160
Densidad (kg/m ³)		47,9	48,37	46,3	46,3	44,93
Tiempo de gelificación* (segundos)		40	40	40	40	40
ASTM D2843-1999	MSD	59,54	58,88	54,19	54,57	44.65
	SDR	45,85	44,85	40,55	41,37	33.97
Din 4102	AFT (s)	0	0	0	0	0
	FH (mm)	80	82	85	85	68
	Apto / Fallo	Apto	Apto	Apto	Apto	Apto
	Goteo	No	No	No	No	No
*Nota: tiempo de agitación: 7 segundos						

ES 2 714 250 T3

Tabla 2. Formulaciones y propiedades de las espumas de poliuretano rígidas comparativas

		Ejemplo comparativo 1	Ejemplo comparativo 2	Ejemplo comparativo 3	Ejemplo comparativo 4	Ejemplo comparativo 5	Ejemplo comparativo 6
PS 2352 (g)		26,15	26,15	26,15	26,15	26,15	26,15
PS 1922 (g)		26,13	26,13	26,13	26,13	26,13	26,13
V 280 (g)		13,17	13,17	13,17	13,17	13,17	13,17
K-15 (g)		1,30	1,30	1,30	1,30	1,30	1,30
PC-5 (g)		0,30	0,30	0,30	0,30	0,30	0,30
DC193 (g)		2,00	2,00	2,00	2,00	2,00	2,00
Agua desionizada (g)		0,55	0,55	0,55	0,55	0,55	0,55
HCFC-141b (g)		15,40	15,40	15,40	15,40	14,40	15,40
TCPP (g)			15				
RDP (g)				15			
TBEP (g)					15		
DMMP (g)						15	
DEEP (g)							15
Índice de isocianato		360	360	360	360	360	360
PMDI (g)		160	160	160	160	160	160
Densidad (kg/m ³)		43,3	47,9	48,37	46,99	45,28	44,41
Tiempo de gelificación* (segundos)		46	47	50	45	36	46
ASTM D2843 -1999	MSD	76,18	65,95	69,32	68,21	70,04	66,23
	SDR	61,92	50,15	52,72	53,18	54,00	52,28
Din 4102	AFT (s)	0	0	0	0	0	0
	FH (mm)	100	70	67	85	65	77.50
	Apto / Fallo	Apto	Apto	Apto	Apto	Apto	Apto
	Goteo	No	No	No	No	No	No
*Nota: tiempo de agitación: 7 segundos							

Ejemplo 6

5 Se prepararon espumas de poliuretano mediante experimentos de mezcla manual realizados en una taza de plástico, basadas en las formulaciones mostradas en la Tabla 3. Se mezcló fosfato de trietilo con IP 585 y PS 2352, seguido de un minuto de mezcla a 3.000 rpm. A continuación, se añadieron otros aditivos (TMR-2, NP 40, PC-5, KAC, DC-5598, MEG, alfa-metil-estireno, agua desionizada y HCFC-141b), seguido de otro minuto de mezcla a 3.000 rpm. Finalmente, se añadió PMDI mezclando a alta velocidad (3.000 a 4.000 rpm) durante 6 segundos. El compuesto obtenido se vertió en una caja abierta para el espumado.

10 Ejemplos comparativos 7 a 9

Se prepararon las espumas de poliuretano en los Ejemplos comparativos 7 a 9 tal como en el Ejemplo 6, excepto en

ES 2 714 250 T3

que se añadió TCPP (Ejemplo comparativo 7), TBEP (Ejemplo comparativo 8) o DMMP (Ejemplo comparativo 9) en lugar de TEP.

5 Tal como se muestra en la Tabla 3, la adición de TEP reduce significativamente la densidad de humo de las espumas de poliuretano rígidas (Ejemplo 6, con 13,4% en peso de TEP respecto al peso de la espuma de PU) en comparación con los ejemplos comparativos. La densidad de humo de la espuma de poliuretano que comprendía TEP era 16,9% inferior a la de la muestra que incorporaba TCPP (Ejemplo comparativo 7). Además, la adición de TEP mostró una resistencia a la llama comparable o incluso mejor que los ejemplos comparativos, tal como muestran las mediciones de altura de llama del ensayo DIN 4102.

Tabla 3. Formulaciones y propiedades de las espumas de poliuretano rígidas

		Ejemplo comparativo 7	Ejemplo comparativo 8	Ejemplo comparativo 9	Ejemplo 6
IP 585 (g)		19,66	19,66	19,66	19,66
PS 2352 (g)		35,61	35,61	35,61	35,61
MEG (g)		1,95	1,95	1,95	1,95
TMR-2 (g)		2,34	2,34	2,34	2,34
NP 40 (g)		0,29	0,29	0,29	0,29
PC-5 (g)		0,09	0,09	0,09	0,09
KAC (g)		0,36	0,36	0,36	0,36
DC-5598 (g)		1,91	1,91	1,91	1,91
Alfa-metil-estireno (g)		0,10	0,10	0,10	0,10
Agua desionizada (g)		1,321	1,321	1,321	1,321
HCFC-141b (g)		12,50	12,50	12,50	12,50
TCPP (g)		36,38			
TBEP (g)			36,38		
DMMP (g)				36,38	
TEP (g)					36,38
Índice de isocianato		274	274	274	274
PMDI (g)		160	160	160	160
Densidad (kg/m ³)		39,15	38,99	34,26	36,51
Tiempo de gelificación* (segundos)		33	33	20	43
Ensayo ASTM D2843-1999	MSD	95,91	91,72	90,11	79,99
	SDR	76,15	76,86	74,58	63,27
Ensayo Din 4102	AFT (s)	0	0	0	0
	FH (mm)	100	100	80	80
	Apto / Fallo	Apto	Apto	Apto	Apto
	Goteo	No	No	No	No
*Nota: tiempo de agitación de 7 segundos					

REIVINDICACIONES

1. Uso de un fosfato de trialquilo como un supresor de humo en espuma de poliuretano, en donde el fosfato de trialquilo tiene al menos un grupo alquilo con dos átomos de carbono y la espuma de poliuretano no contiene retardantes de llama halogenados.
- 5 2. El uso según la reivindicación 1, en donde el fosfato de trialquilo se incluye en la espuma de poliuretano mediante la incorporación del fosfato de trialquilo en una composición formadora de espuma de poliuretano y después formando una espuma de poliuretano a partir de la composición formadora de espuma de poliuretano.
3. El uso según la reivindicación 1, en donde el fosfato de trialquilo es fosfato de trietilo.
- 10 4. El uso según la reivindicación 1, en donde la concentración del fosfato de trialquilo es de 3 a 25 por ciento en peso respecto al peso de la espuma de poliuretano.
5. El uso según la reivindicación 1, en donde la espuma de poliuretano comprende además al menos un compuesto de dicitropentadienil-hierro.
6. El uso según la reivindicación 5, en donde el compuesto dicitropentadienil-hierro se encuentra a una concentración de 0,01 a uno por ciento en peso respecto al peso total de espuma de poliuretano.
- 15 7. El uso según la reivindicación 5, en donde el compuesto dicitropentadienil-hierro se mezcla con el fosfato de trialquilo para formar una mezcla y después la mezcla se añade a una formulación formadora de espuma de poliuretano y después se prepara la espuma de poliuretano a partir de la formulación formadora de espuma de poliuretano.
8. El uso según la reivindicación 1, en donde la espuma de poliuretano se encuentra libre de cargas inorgánicas.
9. El uso según la reivindicación 1, en donde la espuma de poliuretano es una espuma de poliuretano rígida.
- 20 10. El uso según la reivindicación 1, en donde la espuma de poliuretano es una espuma de poliisocianurato.
11. El uso según la reivindicación 10, en donde el índice de isocianato es de al menos 240.