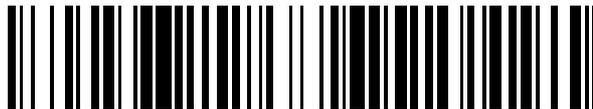


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 770 680**

51 Int. Cl.:

B01J 31/04 (2006.01)

C08G 18/24 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **03.01.2014 PCT/EP2014/050041**

87 Fecha y número de publicación internacional: **10.07.2014 WO14106642**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **03.01.2014 E 14700054 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **25.12.2019 EP 2941317**

54 Título: **Empleo de sales de estaño de ácido neodecanoico en la producción de sistemas de poliuretano**

30 Prioridad:

04.01.2013 EP 13150254

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

02.07.2020

73 Titular/es:

**EVONIK OPERATIONS GMBH (100.0%)
Rellinghauser Straße 1-11
45128 Essen, DE**

72 Inventor/es:

**SCHMITZ, SARAH;
HUBEL, ROLAND y
GÜNTHER, THOMAS**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 770 680 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

Empleo de sales de estaño de ácido neodecanoico en la producción de sistemas de poliuretano

La invención se refiere al empleo de sal de estaño de ácido neodecanoico y a sus soluciones en la producción de espumas de poliuretano.

- 5 Los sistemas de poliuretano son, por ejemplo, revestimientos de poliuretano, adhesivos de poliuretano, agentes de sellado de poliuretano, elastómeros de poliuretano o espumas/materiales celulares de poliuretano.

10 Los materiales celulares de poliuretano se emplean en los más diversos campos debido a sus excelentes propiedades mecánicas y físicas. La industria del automóvil y del mueble constituye un mercado especialmente importante para los más diversos tipos de espumas de PUR, como espumas blandas convencionales a base de éter y esterpoliol, espumas frías (frecuentemente también llamadas espumas de HR), espumas duras, espumas integrales y espumas microcelulares, así como espumas cuyas propiedades se sitúan entre estas clasificaciones, como por ejemplo sistemas semiduros. Por ejemplo, se emplean espumas duras como techo, espumas de éster para el revestimiento interno de puertas, así como para parasoles perforados, espumas frías y blandas para sistemas de asiento y colchones.

- 15 Los catalizadores apropiados para composiciones de poliuretano monocomponente reactivas en humedad contienen generalmente compuestos de estaño, como carboxilatos de estaño, es especial octoato de estaño (corresponde a 2-etilhexanoato de estaño), frecuentemente combinados con aminas terciarias.

20 De este modo, el empleo de octoato de estaño en la producción de espumas blandas de PUR a base de polieteroles se describe, a modo de ejemplo, en Steve Lee, Huntsman Polyurethanes, The Polyurethanes Book, editorial Wiley, páginas 140, 143-144 y en Ron Herrington, Flexible Polyurethane Foams, Dow Chemical, p. 2.30. El octoato de estaño sirve como catalizador de reacción de isocianatos con polioles (también denominado catalizador de gel) a través de un estado de transición complejo. Durante la producción de la espuma, el octoato de estaño se hidroliza y libera tanto la sal de ácido 2-etilhexanoico como también el ácido en sí. Si bien la descomposición es deseable, ya que de este modo se suprime la reacción inversa de enlace de uretano para dar los eductos, de ser posible ésta no debía conducir a la liberación de sustancias eventualmente cuestionables desde el punto de vista toxicológico. También en la literatura de patentes se pueden encontrar numerosas solicitudes que describen el empleo de dicho octoato de estaño, por ejemplo en los documentos BE 779607, GB 1432281, GB 1422056, GB 1382538, GB 1012653 o GB 982280. En estos documentos se emplean como sistemas catalizadores preferentes aquellos que presentan octoato de estaño.

- 30 No obstante, tales catalizadores de estaño están sometidos a presión cada vez más por parte del usuario debido a cuestiones toxicológicas respecto a los eductos empleados para su producción, en especial de los ligandos. Por lo tanto, existe una demanda creciente de alternativas más inofensivas desde el punto de vista toxicológico.

35 Para cumplir los requisitos en la industria del automóvil y del mueble y sus proveedores de espuma respecto a especificaciones de emisión y toxicidad, que se agudizan claramente en los últimos años, se desarrollaron ya sistemas catalizadores que contienen pocos ligandos tóxicos, incorporables en la espuma por polimerización. Tales sistemas, por ejemplo basados en ácido ricinoleico, se describen, a modo de ejemplo, en el documento EP 1013704. El inconveniente de tales sistemas consiste en sus cantidades de empleo elevadas y los costes vinculados a éstas debido al bajo contenido en estaño, y al fuerte apantallamiento del estaño activo por los ligandos. Hasta la fecha, estos sistemas constituyen una de las pocas alternativas al extendido sistema catalizador de octoato de estaño (sal de estaño (II) de ácido 2-etilhexanoico), o bien compuestos orgánicos de estaño, como dilaurato de dibutylestano. Los sistemas citados en último lugar se deben considerar críticos respecto a la toxicidad de las sustancias que se emiten. Debido a posibles acciones mutagénicas (tóxicas sobre el desarrollo) en el hombre (R 63), el ácido 2-etilhexanoico que se libera, a modo de ejemplo, durante y tras el espumado, son motivo de preocupación.

- 45 En el documento EP 2 289 960 se describe el empleo de sales de estaño de ácidos carboxílicos ramificados, que no presentan exclusivamente una ramificación etilo o n-propilo individual. El empleo de sales de estos ácidos tenía la ventaja de poder reducir claramente emisiones de componente ácido. Las espumas obtenidas se distinguían por una elevada celularidad abierta en comparación con octoato de estaño y propilheptanoato de estaño.

50 En un ejemplo comparativo, el documento EP 2 256 141 A2 describe una receta de poliuretano que contienen 0,19 partes en peso de sal de Sn(II) de ácido neodecanoico como catalizador. El documento JP 2007 308656 A describe neodecanoato de estaño como catalizador de poliuretano, que se puede emplear por separado o en combinación con otros carboxilatos de estaño o bismuto. También por el documento JP 2010 084128 A es conocido el empleo de neodecanoato de estaño como catalizador de poliuretano.

Era tarea de la presente invención la puesta a disposición de un sistema catalizador que fuera apropiado para la producción de espumas de células cerradas y no presentara uno o varios de los inconvenientes citados anteriormente.

5 Aquí se describen sistemas catalizadores apropiados para la catálisis de la producción de sistemas de poliuretano, que están caracterizados por que los sistemas catalizadores contienen al menos una sal de estaño de ácido neodecanoico. Se describen el empleo de tales sistemas catalizadores en la producción de sistemas de poliuretano, así como sistemas de poliuretano correspondientes, en especial espumas de poliuretano y su empleo.

El objeto de la invención es un procedimiento para la producción de espumas de poliuretano como se indica en la reivindicación 1.

10 El sistema catalizador a emplear según la invención tiene la ventaja de que ya con una cantidad molar comparable, referida a estaño en la sal de estaño (por ejemplo comparada con octoato de estaño o isononanoato de estaño), se pueden producir espumas de células más cerradas.

15 Otra ventaja consiste en que, para la producción de espumas de células abiertas de densidad comparable, es necesaria una cantidad de sal de estaño claramente menor que en el caso de empleo del isononanoato de estaño conocido por el estado de la técnica, o bien catalizadores de octanoato de estaño. Esta ventaja podría tener su causa en otra ventaja de neodecanoato de estaño, concretamente la actividad sorprendentemente elevada en comparación con isononanoato de estaño y octanoato de estaño con contenido en estaño relativamente reducido.

20 El sistema catalizador a emplear según la invención se puede emplear tanto para la producción de espumas flexibles a base de eter- y esterpolioles, como también de espumas duras, así como espumas cuyas propiedades se sitúan entre estas clasificaciones, como por ejemplo espumas semiduras. Es especialmente ventajoso el empleo en la producción de espumas de células cerradas, en especial de aquellas espumas que son impermeables a aire o agua. Para probar estas propiedades se pueden aplicar, a modo de ejemplo, el ensayo de GM (General Motors Engineering Standard GM 6086M) – o de Ford (Ford Laboratory Test Method BO-112 03). Ambos se describen detalladamente en la patente US 6,747,068 B2 (Ejemplo 61). En el ámbito de la presente invención, se entiende por impermeable a agua que la espuma retenga una columna de agua de 25 mm durante 90 minutos en una compresión de 50 %, sin que el agua penetre (determinado según ensayo de GM como en el documento US 6,747,068 B2, Ejemplo 61 B). En los ejemplos se recurre a este ensayo de GM para el estudio de las propiedades de espuma.

30 Los sistemas catalizadores a emplear según la invención, el procedimiento para la producción de espumas de poliuretano, las propias espumas de poliuretano, así como sus empleos, se describen a continuación de manera ejemplar sin que la invención se limite a estas formas de realización. Si a continuación se indican intervalos, fórmulas generales o clases de compuestos, éstos deben comprender no solo los correspondientes intervalos o grupos de compuestos que se mencionan explícitamente, sino también todos los intervalos parciales y grupos parciales de compuestos que se pueden obtener mediante extracción de valores (intervalos) o compuestos individuales. Si en el ámbito de la presente descripción se citan documentos, su contenido, en especial respecto a las circunstancias consideradas, pertenecerá completamente al contenido divulgativo de la presente invención.

El sistema catalizador a emplear según la invención, que es apropiado para la catálisis de la producción de espumas de poliuretano, se distingue por que contiene una sal de estaño de ácido neodecanoico, preferentemente la sal de estaño II de ácido neodecanoico.

40 Son sistemas catalizadores preferentes según la invención aquellos que no presentan sales de estaño y/o compuestos de estaño adicionales.

45 El sistema catalizador presenta la sal de estaño en combinación con uno o varios disolventes orgánicos. Si la sal de estaño se disuelve, o bien se emplea en combinación con un disolvente, el sistema catalizador contiene preferentemente un disolvente orgánico aprótico. Si el sistema catalizador contiene preferentemente un disolvente orgánico, éste se selecciona preferentemente a partir de glicoles, preferentemente monoetilenglicol (MEG o EG), 1,3-propanodiol (PDO), 1,4-butanodiol (BDO), dietilenglicol (DEG), propilenglicol (PG o PEG), dipropilenglicol (DPG), trietilenglicol, butildiglicol (BDG), neopentilglicol o 2-metilpropano-1,3-diol, polioles, preferentemente poliesterpolioles, polieterpolioles, natural oil based polyols (NOPs) o glicerina, ésteres, preferentemente ésteres de ácidos grasos, preferentemente miristato de isopropilo, aceites minerales, hidrocarburos, preferentemente aceites minerales, hexano, pentano, heptano, decano o mezclas de hidrocarburos saturados, como por ejemplo productos Kaydol de la firma Sonneborn, poliéteres, preferentemente aquellos que presentan una proporción de unidades óxido de propileno de más de 20 % en moles, referido a las unidades óxido de alquileo en el poliéter, poliésteres, preferentemente policarbonatos, ftalatos, preferentemente ftalato de dibutilo (DBP), ftalato de dioctilo (DNOP), ftalato de dietilhexilo (DEHP), ftalato de diisononilo (DINP), ftalato de dimetilo (DMP), ftalato de dietilo (DEP),

5 ciclohexanoatos, preferentemente ciclohexanoato de diisononilo (DINCH), poliéteres bloqueados en posición terminal, preferentemente dialquilo poliéteres, que presentan como restos alquilo restos butilo/metilo, metilo/metilo o butilo/butilo, preferentemente aquellos que son obtenibles a partir de poliéteres iniciados con diol, olefinas, lactamas y lactonas. Si la sal de estaño se emplea disuelta o en combinación con un disolvente, la proporción molar de sal de estaño respecto a disolvente asciende preferentemente de 100 a 1 hasta 1 a 2, preferentemente de 50 a 1 hasta 1 a 1, y de modo especialmente preferente de 25 a 1 hasta 2 a 1.

Además de la/las sal(es) de estaño y uno o varios disolventes, el sistema catalizador puede presentar otros componentes, como por ejemplo una o varias aminas terciarias, uno o varios estabilizadores de silicona, y en caso dado uno o varios emulsionantes. No obstante, éste se presenta preferentemente disuelto.

10 El sistema catalizador a emplear según la invención se puede utilizar para la producción de cualquier sistema de poliuretano. El sistema catalizador según la invención se emplea en especial para la producción de espumas de poliuretano en el procedimiento según la invención.

15 El procedimiento según la invención para la producción de espumas de poliuretano se distingue por que se emplea un sistema catalizador según la invención según la reivindicación 1. El procedimiento según la invención se emplea para la producción de espumas de poliuretano. En este caso, el sistema catalizador a emplear según la invención se puede añadir a la mezcla de reacción preferentemente antes o después de la reacción, preferentemente con ayuda de un cabezal de mezclado.

20 Como se ha descrito, el sistema catalizador puede presentar otros componentes, como por ejemplo agua, amina terciaria, estabilizador de silicona, y en caso dado emulsionante. Tal disolución de catalizador se denomina frecuentemente disolución de activador. No obstante, el sistema catalizador se añade por separado al sistema catalizador.

Alternativamente al espumado directo, el sistema catalizador se puede dosificar también en forma diluida. En este caso son preferentes disoluciones anhidras, ya que las sales de estaño son estables a la hidrólisis solo de manera limitada.

25 Los sistemas catalizadores a emplear según la invención son empleables como catalizadores en las formulaciones habituales para la producción de espumas/materiales celulares de poliuretano, que contienen, o están constituidos preferentemente por uno o varios isocianatos orgánicos con dos o más funciones isocianato, uno o varios polioles con dos o más grupos reactivos frente a isocianato, en caso dado otros catalizadores para las reacciones isocianato-poliol y/o isocianato-agua y/o la trimerización de isocianato, agua, opcionalmente agentes propulsores físicos, 30 opcionalmente agentes ignífugos, y en caso dado otros aditivos.

35 Son isocianatos apropiados en el sentido de esta invención preferentemente todos los isocianatos orgánicos polifuncionales, como por ejemplo diisocianato de 4,4'-difenilmetano (MDI), diisocianato de tolueno (TDI), diisocianato de hexametileno (HMDI) y diisocianato de isoforona (IPDI). Es especialmente apropiada la mezcla de MDI y análogos más altamente condensados con una funcionalidad media de 2 a 4, conocida como "MDI polímero" ("MDI crudo"), así como los diversos isómeros de TDI en forma pura o como mezcla de isómeros.

40 Son polioles apropiados en el sentido de esta invención todas las sustancias orgánicas con varios grupos reactivos frente a isocianatos, así como sus preparados. Son polioles preferentes todos los polieterpolioles y poliesterpolioles empleados habitualmente para la producción de sistemas de poliuretano, en especial espumas de poliuretano. Los polieterpolioles se obtienen mediante reacción de alcoholes polivalentes o aminas con óxidos de alquileno. Los poliesterpolioles se basan en ésteres de ácidos carboxílicos polivalentes (que pueden ser alifáticos, a modo de ejemplo ácido adípico, o aromáticos, a modo de ejemplo ácido ftálico o ácido tereftálico) con alcoholes polivalentes (generalmente glicoles). Además se pueden emplear poliéteres basados en aceite natural (natural oil based polyols, NOPS). Estos polioles se obtienen a partir de aceites naturales, como por ejemplo aceite de soja o palma, y se pueden emplear no modificados o modificados.

45 Una proporción apropiada de isocianato y polioliol, expresada como índice de composición, se sitúa en el intervalo de 10 a 1000, preferentemente 40 a 350. Este índice describe la proporción de isocianato empleado efectivamente (para una reacción estequiométrica con polioliol). Un índice de 100 representa una proporción molar de grupos reactivos de 1 a 1.

50 Son otros catalizadores apropiados en el sentido de esta invención sustancias que catalizan la reacción de gel (isocianato-polioliol), la reacción de propulsión (isocianato-agua) o la di-, o bien trimerización de isocianato. Son ejemplos típicos aminas, como por ejemplo trietilamina, dimetilciclohexilamina, tetrametiletildiamina,

5 tetrametilhexanodiamina, pentametildietilentriamina, pentametildipropilentriamina, trietilendiamina, dimetilpiperazina, 1,2-dimetilimidazol, N-etilmorfolina, tris(dimetilaminopropil)hexahidro-1,3,5-triazina, dimetilaminoetanol, dimetilaminoetoxietanol y bis(dimetilaminoetil)éter, compuestos o sales de bismuto y sales potásicas, como acetato potásico. Como otros catalizadores se emplean preferentemente aquellos que no contienen compuestos de estaño, en especial dilaurato de dibutilestaño.

Las cantidades apropiadas de empleo de otros catalizadores se ajustan al tipo de catalizador, y se sitúan habitualmente en el intervalo de 0,01 a 5 pphp (= partes en peso referidas a 100 partes en peso de poliol), o bien 0,1 a 10 pphp para sales potásicas.

10 En el procedimiento según la invención, la cantidad empleada de neodecanoato de estaño asciende preferentemente de 0,02 a 1 pphp, preferentemente 0,04 a 1 pphp, de modo especialmente preferente de 0,08 a 0,9 pphp, y de modo especialmente preferente 0,09 a 0,7 pphp.

15 Contenidos en agua apropiados en el sentido de esta invención dependen de que se empleen o no agentes propulsores físicos adicionalmente al agua. En el caso de espumas puramente propulsadas con agua, los valores se sitúan típicamente en 1 a 20 pphp, si se emplean adicionalmente otros agentes propulsores, la cantidad de empleo se reduce habitualmente a 0 o 0,1 hasta 5 pphp. Para la consecución de densidades de espuma elevadas no se emplea agua ni otros agentes propulsores.

20 Agentes propulsores físicos apropiados en el sentido de esta invención son gases, a modo de ejemplo CO₂ licuado y líquidos muy volátiles, a modo de ejemplo hidrocarburos con 4 a 5 átomos de carbono, preferentemente ciclo-, iso- y n-pentano, hidrocarburos fluorados, preferentemente HFC 245fa, HFC 134a y HFC 365mfc, hidrocarburos fluoroclorados, preferentemente HCFC 141b, compuestos oxigenados, como formiato de metilo y dimetoximetano, o hidrocarburos clorados, preferentemente diclorometano y 1,2-dicloroetano. Por lo demás, como agentes propulsores son apropiados cetonas (por ejemplo acetona) o aldehídos (por ejemplo metilal).

25 Además de agua y, en caso dado, agentes propulsores físicos, también se pueden emplear otros agentes propulsores químicos, que reaccionan con isocianatos bajo desprendimiento de gas, como por ejemplo ácido fórmico o carbonatos.

30 Son agentes ignífugos apropiados en el sentido de esta invención preferentemente compuestos de fósforo líquidos orgánicos, como fosfatos orgánicos exentos de halógeno, por ejemplo fosfato de trietilo (TEP), fosfatos halogenados, por ejemplo fosfato de tris(1-cloro-2-propilo) (TCPP) y fosfato de tris(2-cloroetilo) (TCEP) y fosfonatos orgánicos, por ejemplo fosfonato de dimetilmetano (DMMP), fosfonato de dimetilpropano (DMPP), o productos sólidos como polifosfato amónico (APP) y fósforo rojo. Por lo demás, como agentes ignífugos son apropiados compuestos halogenados, a modo de ejemplo polioles halogenados, así como productos sólidos, como grafito hinchado y melamina.

35 La elaboración de las formulaciones para dar materiales celulares se puede efectuar según todos los métodos comunes para el especialista, a modo de ejemplo en el procedimiento de mezclado a mano, o preferentemente con ayuda de máquinas de espumado de alta presión. En este caso se pueden emplear procedimientos discontinuos, a modo de ejemplo para la producción de espumas moldeadas, neveras y paneles, o procedimientos continuos, a modo de ejemplo en placas aislantes, elementos de unión metálicos, bloques, o en el procedimiento de pulverización.

40 Mediante el procedimiento según la invención se pueden obtener espumas de poliuretano, que se distinguen por que presentan al menos ácido neodecanoico o su sal de estaño. De modo preferente, las espumas de poliuretano obtenibles según la invención presentan esencialmente (más de 98 % en peso, referido al ácido carboxílico contenido o sus sales de estaño), de modo preferente exclusivamente ácido neodecanoico o sus sales de estaño, como ácido carboxílico, o bien su sal de estaño.

45 Las espumas de poliuretano preferentes obtenibles según la invención se distinguen por que la proporción másica de ácido neodecanoico, o bien sus sales, asciende de 0,001 a 5 % en masa, referido a la mezcla de espuma total, preferentemente de 0,005 a 1,5 % en masa.

50 Los sistemas de poliuretano obtenibles según la invención pueden ser espumas de poliuretano, en especial una espuma blanda de poliuretano, una espuma dura de poliuretano, una espuma viscoelástica, una espuma de HR, una espuma de poliuretano semidura, una espuma de poliuretano termomoldeable, o una espuma integral. En este caso, la denominación poliuretano se debe entender como término genérico para un polímero producido a partir de di-, o

bien poliisocianatos y polioles, u otras especies reactivas frente a isocianato, como por ejemplo aminas, no debiendo ser el enlace de uretano el tipo de enlace exclusivo o predominante. De modo concomitante, también están incluidos expresamente poliisocianuratos y poliureas.

5 Las espumas de poliuretano obtenibles según la invención, preferentemente las espumas de poliuretano de células
 cerradas, se pueden emplear también, por ejemplo, como aislamiento de neveras, placa aislante, elemento
 sandwich, aislamiento de tubos, espuma de pulverización, espuma en bote de 1 & 1,5 componentes, imitación de
 10 madera, espuma para modelado, espuma de envasado, colchones, acolchado de muebles, acolchado de asientos
 para automóviles, reposacabezas, paneles de instrumentos, revestimiento interno de automóviles, techo de
 automóviles, material de absorción acústica, volante, suelas de zapato, espuma para respaldos de alfombra,
 15 espuma filtrante, espuma de sellado, agente de sellado y pegamento. En el ámbito de la presente invención, se debe
 entender por espumas de poliuretano de células cerradas aquellas que presentan una permeabilidad al aire, o bien
 porosidad mayor que 30 mm, determinada según el método indicado en los ejemplos. Los sistemas de poliuretano
 especialmente preferentes según la invención, preferentemente espumas de poliuretano, son impermeables al agua
 en el sentido de la definición citada anteriormente.

15 La presente invención se explica más detalladamente por medio de la ilustración Fig. 1, sin que el objeto de la
 solicitud se deba limitar a ésta.

La Fig. 1 muestra un gráfico con los resultados del Ejemplo 41, en el que se indica la cantidad de sustancia de
 estaño en el respectivo sistema catalizador en mmol en el eje X, y la porosidad en mm de ácido líquido (FS) de la
 espuma obtenida en el eje Y.

20 En los ejemplos indicados a continuación se describe la presente invención de manera ejemplar, sin que la
 invención, cuyo espectro de aplicación resulta de la siguiente descripción y de las reivindicaciones, se limite a las
 formas de realización citadas en los ejemplos.

Ejemplos

Ejemplos 1 a 41: producción de espumas de poliuretano

25 Para la producción de espumas de poliuretano se empleó la siguiente receta: 100 partes en peso de polieterol
 (índice de hidroxilo = 47 mg de KOH/g, 11-12 % de EO), 4 partes en peso de agua, 1 parte en peso de TEGOSTAB®
 BF 2370 (estabilizador de silicona de Evonik Industries AG), 0,1 partes en peso de una amina terciaria
 30 TEGOAMIN® 33 (catalizador de amina, Evonik Industries AG), 50,6 partes en peso de diisocianato de tolueno T 80
 (índice 110), así como una cantidad variable de KOSMOS® 29 (octoato de estaño, Evonik Industries AG), o bien de
 los carboxilatos de estaño a analizar. Como compuestos no según la invención se seleccionaron como comparación
 moléculas lo más análogas posible a neodecanoato de estaño desde el punto de vista estructural (sal de estaño de
 ácido neodecanoico) con ácido 2-etilhexanoico, ácido 2-etilbutírico, ácido 2-propilheptanoico y ácido 3,5,5-
 trimetilheptanoico.

35 En el espumado se emplearon 400 g de polioliol, los demás componentes de formulación se calcularon
 correspondientemente. En la Tabla 1 se reúnen los componentes variables de las recetas de espumas del Ejemplo 1
 a 35.

40 Para el espumado se mezclaron convenientemente el polioliol, agua, amina, catalizador de estaño y estabilizador de
 silicona bajo agitación. Tras adición de isocianato se agitó con un agitador 7 segundos a 3000 rpm. La mezcla
 obtenida se vertió en una caja de madera revestida con papel (superficie base 27 cm x 27 cm). Se produjo una
 espuma que se sometió a los ensayos técnicos de aplicación descritos a continuación.

Tabla 1: variable componentes de recetas de las espumas del Ejemplo 1 a 41.

Ejemplo n°	según la invención	Sal ^[1]	Catalizador [partes en peso]
1	No	a)	0,15
2	No	a)	0,20
3	No	a)	0,25
4	No	a)	0,30

ES 2 770 680 T3

Ejemplo nº	según la invención	Sal ^[1]	Catalizador [partes en peso]
5	No	a)	0,35
6	No	b)	0,17
7	No	b)	0,23
8	No	b)	0,285
9	No	b)	0,34
10	No	b)	0,40
11	No	c)	0,16
12	No	c)	0,215
13	No	c)	0,27
14	No	c)	0,33
15	No	c)	0,38
16	No	d)	0,30
17	No	d)	0,40
18	No	d)	0,50
19	No	d)	0,60
20	No	d)	0,70
21	No	e)	0,137
22	No	e)	0,18
23	No	e)	0,228
24	No	e)	0,274
25	No	e)	0,32
26	No	f)	0,128
27	No	f)	0,17
28	No	f)	0,213
29	No	f)	0,256
30	No	f)	0,299
31	No	g)	0,16
32	No	g)	0,21
33	No	g)	0,267
34	No	g)	0,32
35	No	g)	0,374
36	No	h)	0,113
37	No	h)	0,17
38	No	h)	0,228
39	No	h)	0,285
40	No	h)	0,34
41	No	h)	0,398

[1] a) = sal de estaño (II) de ácido 2-etilhexanoico
b) = sal de estaño (II) de ácido 2-propilheptanoico
c) = sal de estaño (II) de ácido isononanoico
d) = sal de estaño (II) de ácido n-octanoico (al 50 % en peso mezclado en DPG)
e) = sal de estaño (II) de ácido ciclohexanocarboxílico
f) = sal de estaño (II) de ácido 3,3-dimetilbutanoico
g) = sal de estaño (II) de ácido n-nonanoico
h) = sal de estaño (II) de ácido neodecanoico

Propiedades físicas de las espumas

Las espumas producidas se valoraron por medio de las siguientes propiedades físicas:

- 5 a) bolsas traseras de material celular una vez concluida la fase de ascenso (= retroceso): el retroceso, o bien el descenso, resulta de la diferencia de la altura de espuma tras soplado directo y 3 min después del soplado de la espuma. La altura de espuma se mide en este caso mediante una aguja fijada a una regla de división centimétrica en el máximo en el centro de la cima de espuma.
- b) Altura de espuma:
10 la altura final de la espuma se determina sustrayéndose, o bien adicionándose el retroceso, o bien el descenso de, o bien respecto a la altura de espuma tras el soplado.
- c) Peso volumétrico (RG):
la determinación se efectúa como se describe en la norma ASTM D 3574 - 08 bajo el ensayo A mediante medición de la densidad de núcleo.
- d) Permeabilidad al aire/porosidad
- 15 e) Dureza de indentación CLD, 40 %
- f) Resto de deformación por presión en el caso de compresión alrededor de 90 % durante 22 h a 70°C
- g) Elasticidad de rebote (ensayo de rebote de pelota)

Los ensayos a) a g) se realizaron según la norma ASTM D 1564-71.

El ensayo d) se realizó como sigue:

20 Método:

La permeabilidad al aire/porosidad de la espuma se determinó mediante una medición de presión dinámica en material celular. La presión dinámica medida se indicó en mm de columna de alcohol, caracterizando los valores de presión dinámica más reducidos la espuma más abierta. Los valores se midieron en el intervalo de 0 a 300 mm.

Aparato:

25 El aparato de medición se alimentó mediante el conducto de nitrógeno interno, por lo tanto está conectado a éste y está constituido por las siguientes piezas unidas entre sí:

válvula reductora con manómetro,

tornillo de regulación de flujo,

frasco lavador,

30 aparato de medición de flujo,

pieza en T,

tobera de nivelación,

tubo de vidrio escalado, relleno con alcohol.

35 El frasco lavador es obligatorio solo si el aparato no se alimenta desde el conducto interno, sino directamente con gas de botella técnico.

ES 2 770 680 T3

El aparato de medición de flujo se debe calibrar antes de la primera puesta en marcha según los datos del fabricante, bajo empleo de las curvas de calibrado proporcionadas, y se debe dotar de una marca en 8 l/min = 480 l/h.

5 La tobera de nivelación está especificada por una longitud de canto 100 x 100 mm, un peso entre 800 y 1000 g, espacio mínimo del orificio de salida de 5 mm, espacio mínimo del anillo de nivelación inferior de 30 mm.

El líquido de medición (alcohol técnico (etanol)) se puede teñir para el aumento del contraste óptico.

Proceso de medición:

10 Se ajustó la presión previa de nitrógeno a 1 bar mediante válvula reductora. Se reguló la cantidad de flujo a los correspondientes 480 l/h mediante tornillo regulador de flujo. La cantidad de líquido en el tubo de vidrio escalado se llevó, por medio de alcohol, a un nivel tal que no se desarrolló una diferencia de presión, y era legible. Para la verdadera medición del cuerpo de ensayo se realizaron cinco mediciones individuales, cuatro en las cuatro esquinas y una en el centro del cuerpo de ensayo. A tal efecto se colocó en los extremos la tobera de nivelación coincidiendo con los cantos, se valoró el centro del cuerpo de ensayo. Se lee cuando se ha ajustado una presión dinámica constante.

15 Valoración:

El límite de medición superior del método se sitúa en 300 mm de columna de líquido (FS). Para la protocolización se puede diferenciar entre tres casos diferentes:

1. los cinco valores en su totalidad se sitúan por debajo de 300 mm de FS. En este caso se forma y se protocoliza la media aritmética.
 - 20 2. Los cinco valores en su totalidad son mayores o iguales a 300 mm de FS. En este caso, se debe protocolizar el valor > 300, o bien 300.
 3. De los cinco valores de medición son determinables explícitamente valores a), valores b) mayores o iguales a 300: se forma la media aritmética a partir de cinco valores, empleándose respectivamente 300 para los valores de medición b). El número de valores mayor o igual a 300 se protocoliza con trazo oblicuo por separado del valor medio.
- 25

Ejemplo:

Cuatro valores de medición que corresponden a 180,210,118 y 200 mm de FS; un valor de medición > 300 mm de FS (180 + 210 + 118 + 200 + 300) / 5. Entrada de protocolo: 202/1.

Los resultados se reúnen en la Tabla 2.

30 Tabla 2: resultados de la determinación de las propiedades físicas

Ej. nº	Tiempo de ascenso [s]	Retroceso [cm]	Altura [cm]	RG [kg/m³]	Porosidad [mm]	CLD 40 % [kPa]	Deformación por presión	Rebote [cm]
1	112	-0,2	31,8	24,6	9	4,5	6	39
2	99	-0,2	33,4	23,9	33	5,2	9	42
3	92	+ 0,5	34,1	23,2	201	5,9	34	44
4	84	+ 1,2	35,3	25,8	300	7,1	72	42
5	80	+ 1,7	36,2	Contracción	-	-	-	-
6	119	+ 0,1	30,1	24,9	10	4,0	5	41
7	104	-0,2	30,9	25,0	17	4,5	8	41
8	95	-0,1	32,0	24,3	56	4,9	12	44
9	90	+0,4	32,7	23,0	300	5,3	74	41
10	86	+ 0,8	-	Contracción	-	-	-	-

ES 2 770 680 T3

Ej. nº	Tiempo de ascenso [s]	de Retroceso [cm]	Altura [cm]	RG [kg/m ³]	Porosidad [mm]	CLD 40 % [kPa]	Deformación por presión	por	Rebote [cm]
11	131	+ 0,2	30,4	24,7	6	3,6	5		43
12	111	± 0,0	30,6	24,7	7	4,0	5		42
13	100	-0,1	31,2	24,7	10	4,4	6		41
14	90	± 0,0	32,1	24,3	43	4,9	9		40
15	85	+ 0,3	32,8	23,6	126	5,2	70		36
16	126	+ 1,1	30,3	24,1	8	3,5	5		46
17	107	-0,1	31,1	24,5	10	3,8	4		44
18	95	-0,1	31,6	24,6	13	4,2	4		42
19	87	-0,1	32,4	24,3	22	4,7	6		37
20	80	+ 0,1	32,7	24,0	104	5,0	7		40
21	120	+ 0,1	30,6	24,6	8	3,6	4		43
22	104	-0,1	31,1	24,6	10	4,0	5		42
23	92	-0,2	31,8	24,6	11	4,6	6		42
24	85	± 0,0	32,6	24,0	78	5,1	9		42
25	82	+ 0,6	33,5	22,8	300	5,6	81		46
26	111	± 0,0	30,8	24,7	8	3,9	4		43
27	95	-0,2	31,8	24,7	11	4,3	5		42
28	86	-0,2	32,7	24,2	44	4,8	7		32
29	79	+ 0,2	33,6	23,3	145	5,2	61		41
30	80	+ 0,6	-	Contracción	-	-	-		-
31	131	+ 0,2	31,0	26,1	8	2,9	6		43
32	115	+ 1,3	31,2	23,4	16	2,8	6		41
33	100	-0,1	31,4	24,3	16	3,2	6		41
34	88	-0,2	31,8	24,4	22	3,4	8		41
35	77	+ 0,1	32,4	23,9	87	3,8	25		37
36	117	0	29,7	25,6	11	3,2	7		41
37	112	+ 0,1	30,4	24,9	52	3,4	14		37
38	96	+ 0,3	31,3	24,0	177	4,0	81		21
39	93	+ 0,7	33,0	22,6	300	4,6	83		23
40	93	+ 1,1	34,4	22,5	300	6,1	80		29
41	85	+ 1,2	35,1	Contracción	-	-	-		-

Las partes en peso de los respectivos catalizadores se calcularon de modo que el contenido en estaño en los sistemas a comparar fuera equimolar. La celularidad abierta de los materiales celulares se reduce en el caso de aumento de la cantidad de empleo, por ejemplo de isononato de estaño, de 6 a 126 mm de presión dinámica de columna de agua, en el caso de ácido n-octanoico únicamente de 8 a 104 mm. En comparación, cantidades sensiblemente menores de neodecanoato de estaño conducen ya a espumas de células muy cerradas (Ejemplos 37 a 40; mm > 50).

5

Ejemplos 42 a 56: producción de espumas de poliuretano

Formulación y realización se han efectuado análogamente a los Ejemplos 1 – 41.

10 Para la producción de las espumas de poliuretano se empleó la siguiente receta: 100 partes en peso de polieterol (índice de hidroxilo = 47 mg de KOH/g, 11-12 % de EO), 4 partes en peso de agua, 1 parte en peso de TEGOSTAB® BF 2370 (estabilizador de silicona de Evonik Industries AG), 0,10 partes en peso de una amina terciaria, 50,6 partes en peso de diisocianato de tolueno T 80 (índice 110), así como una cantidad variable de

5 KOSMOS® 29 (octoato de estaño, Evonik Industries AG), o bien de los carboxilatos de estaño a analizar. Como compuestos no según la invención se seleccionaron como comparación moléculas lo más análogas posible a neodecanoato de estaño desde el punto de vista estructural (sal de estaño de ácido neodecanoico) y mezclas de neodecanoato de estaño (en diferentes disolventes orgánicos) con ácido 2-etilhexanoico y ácido 3,5,5-trimetilheptanoico.

En el espumado se emplearon 400 g de polioliol, los demás componentes de formulación se calcularon correspondientemente. En la Tabla 3 se reúnen los componentes variables de las recetas de espumas del Ejemplo 42 a 56.

10 Para el espumado se mezclaron convenientemente el polioliol, agua, amina, catalizador de estaño y estabilizador de silicona bajo agitación. Tras adición de isocianato se agitó con un agitador 7 segundos a 2500 rpm. La mezcla obtenida se vertió en una caja de madera revestida con papel (superficie base 27 cm x 27 cm). Se produjo una espuma que se sometió a los ensayos técnicos de aplicación descritos a continuación.

Tabla 3: componentes variables de las recetas de espumas del Ejemplo 42 a 55.

Ejemplo nº	según la invención	Sal ^[1]	Catalizador [partes en peso]
42	No	a)	0,20
43	No	b)	0,20
44	No	b)	0,215
45	No	b)	0,30
46	No	c)	0,20
47	No	c)	0,228
48	Si	d)	0,20
49	Si	d)	0,228
50	Si	d)	0,25
51	Si	d)	0,28
52	Si	e)	0,20
53	Si	e)	0,228
54	Si	e)	0,25
55	Si	e)	0,28

[1] a) = sal de estaño (II) de ácido 2-etilhexanoico
 b) = sal de estaño (II) de ácido isononanoico
 c) = sal de estaño (II) de ácido neodecanoico
 d) = sal de estaño (II) de ácido neodecanoico (al 80 % en peso mezclado en miristato de isopropilo)
 e) = sal de estaño (II) de ácido neodecanoico (al 80 % en peso mezclado en dipropilenglicol (DPG))

15 Propiedades físicas de las espumas

Las espumas obtenidas se valoraron análogamente a las espumas del Ejemplo 1-41 por medio de sus propiedades físicas. Los resultados se reúnen en la Tabla 4.

Tabla 4: resultados de la determinación de propiedades físicas

Ej. nº	Tiempo de ascenso [s]	de Retroceso [cm]	Altura [cm]	RG [kg/m³]	Porosidad [mm]	CLD 40 % [kPa]	Deformación por presión	por Rebote [cm]
42	99	-0,10	30,8	24,90	12	4,2	24	44
43	161	+ 2,70	32,0	n.b.	8	n.b.	n.b.	n.b.
44	118	+ 0,30	29,9	24,40	6	3,7	6	45
45	151	-0,20	30,2	24,30	8	3,5	6	47
46	106	+ 0,30	30,2	24,80	98	4,6	77	27

Ej. nº	Tiempo de ascenso [s]	Retroceso [cm]	Altura [cm]	RG [kg/m ³]	Porosidad [mm]	CLD 40 % [kPa]	Deformación por presión	Rebote [cm]
47	101	+ 0,20	31,5	23,70	185	4,6	79	36
48	115	+ 0,10	30,4	24,10	27	3,9	26	43
49	108	± 0,0	30,8	24,90	106	4,6	73	37
50	104	± 0,0	30,4	24,40	97	4,5	75	33
51	100	+ 0,20	32,0	23,90	199	4,7	77	38
52	116	-0,10	29,7	24,80	18	3,9	47	45
53	109	± 0,0	31,1	25,00	46	4,5	72	41
54	109	+ 0,10	30,9	24,90	227	4,8	71	32
55	103	+ 0,20	31,2	23,80	196	4,6	80	40

Ejemplos 56 a 66: producción de espumas de poliuretano

5 Para la producción de espumas de poliuretano se empleó la siguiente receta: 100 partes en peso de polieterol (índice de hidroxilo = 47 mg de KOH/g, 11-12 % de EO), 4 partes en peso de agua, 2,50 partes en peso de diclorometano, 1 parte en peso de TEGOSTAB® BF 2370 (estabilizador de silicona de Evonik Industries AG), 0,12 partes en peso de una amina terciaria, 52,5 partes en peso de diisocianato de tolueno T 80 (índice 112), así como una cantidad variable de KOSMOS® 29 (octoato de estaño, Evonik Industries AG), o bien de los carboxilatos de estaño a analizar. Como compuestos no según la invención se seleccionaron como comparación moléculas lo más
10 análogas posible a neodecanoato de estaño desde el punto de vista estructural (sal de estaño de ácido neodecanoico) y mezclas de neodecanoato de estaño (en disolventes orgánicos) con ácido 2-etilhexanoico y ácido 3,5,5-trimetilheptanoico.

En el espumado se emplearon 400 g de polioli, los demás componentes de formulación se calcularon correspondientemente. En la Tabla 5 se reúnen los componentes variables de las recetas de espumas del Ejemplo 56 a 66.

15 Para el espumado se mezclaron convenientemente el polioli, agua, amina, catalizador de estaño y estabilizador de silicona bajo agitación. Se añadió el diclorometano y se agitó con un agitador 15 segundos a 1000 rpm. Tras adición de isocianato se agitó con un agitador 7 segundos más a 2500 rpm. La mezcla obtenida se vertió en una caja de madera revestida con papel (superficie base 27 cm x 27 cm). Se produjo una espuma que se sometió a los ensayos técnicos de aplicación descritos a continuación.

20 Tabla 5: componentes variables de las recetas de espumas del Ejemplo 56 a 66.

Ejemplo nº	según la invención	Sal ^[1]	Catalizador [partes en peso]
56	No	a)	0,20
57	No	b)	0,20
58	No	b)	0,23
59	No	c)	0,20
60	No	c)	0,22
61	Si	d)	0,30
62	Si	e)	0,20
63	Si	e)	0,24
64	Si	f)	0,20 (0,20 TA DMEA)
65	Si	f)	0,20 (0,30 TA DMEA)
66	Si	f)	0,20 (0,20 TA DMEA / 0,04 BDE100)

^[1] a) = sal de estaño (II) de ácido 2-etilhexanoico
 b) = sal de estaño (II) de ácido isononanoico
 c) = sal de estaño (II) de ácido neodecanoico
 d) = sal de estaño (II) de ácido neodecanoico (al 75 % en peso mezclado en miristato de isopropilo)
 e) = sal de estaño (II) de ácido neodecanoico (al 80 % en peso mezclado en miristato de isopropilo)
 f) = sal de estaño (II) de ácido neodecanoico (al 80 % en peso mezclado en dipropilenglicol (DPG))
 TA DMEA = TEGOAMIN® DMEA (N,N-dimetiletanolamina)

Propiedades físicas de las espumas

Las espumas producidas se valoraron análogamente a las espumas del Ejemplo 1 – 41 por medio de sus propiedades físicas. Los resultados se reúnen en la Tabla 6.

5 Tabla 6: resultados de la determinación de las propiedades físicas

Ej. nº	Tiempo de ascenso [s]	Retroceso [cm]	Altura [cm]	RG [kg/m ³]	Porosidad [mm]	CLD [kPa]	40 %	Rebote [cm]
56	97	-0,15	34,01	22,42	14	3,6		41
57	105	-0,63	34,82	22,84	7	3,2		45
58	104	-0,60	35,03	22,22	11	3,5		42
59	98	-0,25	34,86	22,82	41	3,6		36
60	92	-0,10	35,05	22,86	97	3,9		21
61	99	-0,10	33,80	22,30	56	3,7		30
62	107	-0,27	34,50	22,8	10	3,1		41
63	96	-0,20	34,56	22,2	11	3,5		41
64	122	-0,21	34,37	22,0	12	3,0		44
65	113	-0,21	34,61	22,6	10	3,3		43
66	102	-0,67	34,55	22,2	12	3,0		43

10 Una comparación del Ejemplo 56 (octoato de estaño) con los Ejemplos 59 y 60 (neodecanoato de estaño puro) y el Ejemplo 63 (mezcla 4 : 1) muestra que el octoato de estaño proporciona una espuma abierta, mientras que el neodecanoato de estaño puro proporciona una espuma cerrada con tiempo de ascenso similar, aunque la cantidad de estaño efectiva del catalizador es menor en comparación con el octoato. Mediante mezclado de neodecanoato (4:1) se puede obtener un tiempo de ascenso comparable al del octoato de estaño. Además se puede identificar que, en comparación con el Ejemplo 59 y 60 (puro), se mejora la celularidad abierta de la espuma, con reducción simultánea de la cantidad efectiva de estaño.

Determinación de emisiones

15 La emisión de ácido se determina en ajuste a la prescripción de ensayo de Mercedes-Benz PB VWT 709.

A continuación se describe la realización de la termodesorción con subsiguiente acoplamiento de cromatografía de gases/espectroscopía de masas (GC/MS).

a) Técnica de medición:

20 La termodesorción se realiza con un Thermodesorber "TDS2" con un cambiador de muestras de la firma Gerstel, Mülheim, en combinación con un sistema Hewlett Packard HP6890/HP5973 GC/MSD.

b) Condiciones de medición:

Termodesorción	Gerstel TDS 2
Temperatura de desorción	90 °C
Tiempo de desorción	30 min
Flujo	60 ml/min
Línea de transferencia	280 °C
Criofoalización	HP 6890 PTV
Revestimiento	Tubo evaporador de vidrio con lana de vidrio silanizada
Temperatura	-150 °C

GC	GC capilar HP 6890
Inyector	PTV Split 1:50
Programa de temperatura	-150 °C; 3 min; ↻ 720 °C/min; 280 °C
Columna	60 m * 0,25 mm Optima 5 MS dF 0,5 µm
Flujo	1 ml/min de flujo constante
Programa de temperatura	50 °C; 5 min; ↻ 3 °C/min; 92 °C; ↻ 5 °C/min; 160 °C; ↻ 10° C/min; 280° C; 20 min
Detector	HP MSD 5973
Modo	Scan 29-350 amu 2.3 scans/sec
Valoración	Valoración del cromatograma en corriente de iones total Cálculo del pico de ácido 2-etilhexanoico como equivalente de tolueno

c) Calibrado

- 5 Para el calibrado se añade 1 µl de una mezcla de tolueno y hexadecano en pentano (respectivamente 0,6 mg/ml) a un tubo de adsorción cargado con Tenax TA (malla 35/60) y se mide (desorción 5 min; 280 °C).

d) Preparación de muestras

Se introdujeron 10 mg de material celular en tres muestras parciales en un tubito de termodesorción. En este caso se procura que no se comprima la espuma.

e) Valoración

- 10 Para la cuantificación de la emisión de ácido se determina el pico que se reconoce por medio del espectro de masas, por ejemplo como ácido 2-etilhexanoico, a través de su superficie de pico con el factor de respuesta de tolueno a partir del calibrado, como equivalente de tolueno en ppm.

En la Tabla 3 se reúnen los resultados de emisiones de ácido de ejemplos seleccionados.

Tabla 3: resultados de las determinaciones de emisión

Nr.	según la invención	Ácido	Catalizador de estaño [Partes]	Emisión total [µg/g]	Emisión de ácido [µg/g]	Proporción de emisión total [%]
2	no	2-etilhexano	0,2	830	613	74
12	no	Isononano	0,215	770	512	66
7	no	2-propilheptano	0,23	1190	805	68
17 ^[2]	no	n-octano	0,2	500	202	40
32	no	n-nonano	0,215	380	119	31
37	no	Neodecano	0,228	690	400	58

^[2] sin mezcla en DPG

- 15 De los resultados se desprende de manera concluyente que se reduce claramente la emisión mediante empleo de ácidos que no presentan ramificación 2-etilo o 2-propilo, como por ejemplo neodecano, ácido isononanoico, ácido n-octanoico o ácido n-nonanoico.

Determinación de la influencia del contenido en catalizador (contenido en estaño) sobre la porosidad de las espumas

- 20 Se produjeron espumas como se indica en el Ejemplo 1 a 41, variándose la concentración de sistema catalizador. Las espumas se produjeron bajo empleo de sales de estaño de ácido 2-etilhexanoico, ácido 3,3-dimetilbutírico, ácido 2-propilheptanoico, ácido ciclohexanocarboxílico, ácido isononanoico, ácido neodecanoico, ácido n-nonanoico y ácido n-octanoico. Las espumas obtenidas se analizaron respecto a su porosidad. Los resultados de estas investigaciones se representan en la Fig. 1.

- 25 Es fácil de identificar que, en especial en el caso de empleo de sistemas catalizadores que se basan en sal de ácido n-octanoico y sal de ácido isononanoico, solo a concentraciones claramente más elevadas se puede observar una reducción de la porosidad. Por lo tanto, los correspondientes sistemas catalizadores requieren cantidades de empleo

5 claramente más elevadas en comparación con sales de estaño-ácido neodecanoico en la producción de espumas de células tanto abiertas como también cerradas. Mientras que en sales de estaño (II) de ácido 2-etilhexanoico se deben emplear al menos 0,37 mmoles de catalizador de estaño en la formulación como la empleada anteriormente para obtener una espuma de células abiertas, la concentración se puede reducir a 0,25 mmoles en el caso de empleo de un neodecanoato de estaño (II) en 32 %. De este modo, en el caso de empleo de neodecanoato de estaño según la invención es posible una clara reducción del catalizador de estaño requerido, mediante lo cual son obtenibles sistemas de poliuretano más pobres en estaño, en especial espumas de poliuretano.

Determinación de la permeabilidad al agua

10 La permeabilidad al agua/hermeticidad al agua se determinó en ajuste a la prescripción de ensayo de GM (General Motors Engineering Standard GM 6086M), como se indica en el documento US 6,747,068 B2, Ejemplo 61 B.

La Tabla 4 refleja las formulaciones de espumas empleadas en el ensayo y los resultados de permeabilidad al agua.

Tabla 4: resultados de la determinación de la permeabilidad al agua

Nº	42	43	44	45	46	47
	[pphp]	[pphp]	[pphp]	[pphp]	[pphp]	[pphp]
Polioi ^[1]	100	100	100	100	100	100
B 8870	2	2	2	2	2	2
Agua	3	3	3	3	3	3
TA 33 ^[2]	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
K 29 ^[3]	0,09	0,11	0,11	-	-	-
Neodecanoato de estaño	-	-	-	0,09	0,11	0,11
TDI	39,6	39,6	39,6	39,6	39,6	39,6
Índice	105	105	105	105	105	105
Porosidad [mm de columna]	3	15	14	12	31	38
Nivel de agua [cm]	25	25	76	25	25	25
Tiempo de penetración [min]	73	97	46	94	120	93
aprobado	no	si	no	si	si	si
^[1] Polietertriol de índice de OH 56, M _w = 3100 g/mol, basado en EO/PO ^[2] TEGOSTAB® B8870 (estabilizador de silicona de Evonik Industries AG para la producción de espumas hidrófobas) ^[3] TEGOAMIN® 33 (catalizador de amina, Evonik Industries AG) ^[4] KOSMOS® 29 (octoato de estaño, Evonik Industries AG)						

15 De la Tabla 4 se puede extraer que las espumas que se produjeron con ayuda de neodecanoato de estaño son de células cerradas, y de este modo se posibilitó producir espumas densas, que se optimizaron respecto a su permeabilidad al agua y aprueban sin problema el ensayo de GM. Además, con la misma cantidad de empleo de catalizador se puede reducir la cantidad de estaño, ya que el neodecanoato de estaño es más activo catalíticamente que el octoato de estaño, a pesar del contenido en estaño más reducido.

REIVINDICACIONES

- 1.- Procedimiento para la producción de espumas de poliuretano, caracterizado por que se emplea un sistema catalizador que contiene una sal de estaño de ácido neodecanoico y uno o varios disolventes orgánicos.
- 5 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que el sistema catalizador contiene exclusivamente sal de estaño de ácido neodecanoico y no contiene otras sales de estaño u otros compuestos.
- 3.- Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, caracterizado por que el sistema catalizador se añade a la mezcla de reacción antes de o durante la reacción.
- 10 4.- Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por que la cantidad de neodecanoato de estaño asciende de 0,04 a 1 pphp, preferentemente 0,08 a 0,9 pphp, y de modo especialmente preferente de 0,09 a 0,7 pphp, siendo pphp igual a las partes en peso, referidas a 100 partes en peso de poliol.

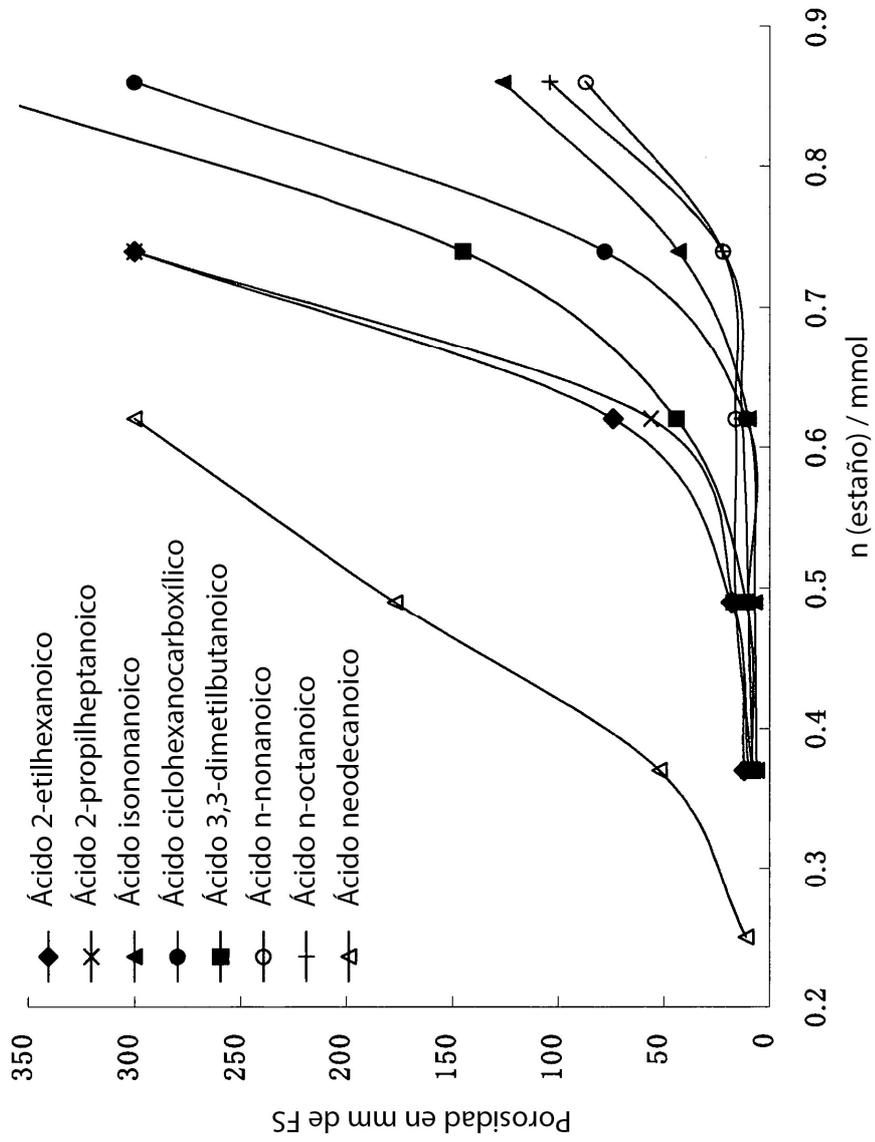


Fig. 1