

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 647 233**

51 Int. Cl.:

C08G 18/28 (2006.01)

B27D 1/04 (2006.01)

C08G 18/64 (2006.01)

C08G 18/12 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **27.02.2014 PCT/US2014/018864**

87 Fecha y número de publicación internacional: **09.10.2014 WO14163914**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.02.2014 E 14779304 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **11.10.2017 EP 2981564**

54 Título: **Método para aplicar una composición aglutinante a un sustrato lignocelulósico**

30 Prioridad:

01.04.2013 US 201361807112 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
20.12.2017

73 Titular/es:

**HUNTSMAN INTERNATIONAL LLC (100.0%)
10003 Woodloch Forest Drive
The Woodlands, TX 77380, US**

72 Inventor/es:

MORIARTY, CHRISTOPHER, J.

74 Agente/Representante:

LOZANO GANDIA, José

ES 2 647 233 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).

MÉTODO PARA APLICAR UNA COMPOSICIÓN AGLUTINANTE A UN SUSTRATO LIGNOCELULÓSICO**DESCRIPCIÓN****5 Campo de la invención**

La presente invención se refiere en general a un método para aplicar una composición aglutinante sobre un sustrato lignocelulósico. Específicamente, la presente invención se refiere a un método para ajustar el perfil del valor de pegajosidad de una composición aglutinante que se aplica sobre un sustrato lignocelulósico.

10

Información de antecedentes

Los paneles de material compuesto lignocelulósico, tales como el “tablero de partículas”, se fabrican normalmente mediante la aplicación de un aglutinante a una pluralidad de partículas, que están volteándose en una mezcladora rotatoria, para formar una mezcla. Después, la mezcla se somete a una fase de prensado que utiliza calor y presión para curar la mezcla y formar por último el material compuesto.

15

Aunque los aglutinantes basados en urea-formaldehído (UF) se han usado normalmente en la industria de paneles de material compuesto, los aglutinantes basados en UF tienen varias deficiencias que han obligado a los fabricantes en la industria a buscar un sistema alternativo de aglutinante. Por ejemplo, una deficiencia es el posible desmoldeo del formaldehído del panel de material compuesto después de que el panel haya estado en servicio en un entorno calentado. Los fabricantes, por tanto, han intentado usar aglutinantes basados en poliisocianato de polimetilénpolifenileno (PMDI) en la fabricación de paneles de material compuesto. Aunque los aglutinantes basados en PMDI no poseen muchas de las deficiencias asociadas con los aglutinantes basados en UF, pueden surgir todavía posibles problemas con el uso de un aglutinante basado en PDMI en el procedimiento de fabricación. Por ejemplo, aunque los aglutinantes basados en PMDI normalmente poseen muchas de las características de aglutinación mostradas por los aglutinantes basados en UF, los aglutinantes basados en PMDI pueden mostrar valores de pegajosidad menores cuando se comparan con un sistema de aglutinante basado en UF. Por ejemplo, los valores de pegajosidad menores del aglutinante pueden producir una variedad de problemas durante el procedimiento de fabricación de tableros de partículas ya que una “pre-estera” que se forma a partir de una mezcla de aglutinante basado en PMDI y un material lignocelulósico sólo puede usarse en circunstancias limitadas durante el procedimiento de fabricación. Para compensar los valores de pegajosidad menores, los fabricantes han recurrido a usar agentes de pegajosidad. Sin embargo, el uso de estos agentes de pegajosidad tiene varias deficiencias tales como el coste añadido y la complejidad de la fabricación de un panel de material compuesto. Por ejemplo, a veces el procedimiento de fabricación tendría que detenerse para retirar la “acumulación de agente de pegajosidad” de los equipos usados en el procedimiento de fabricación.

20

25

30

35

Sumario de la invención

Un método para ajustar el valor de pegajosidad de un material aglutinante formado a partir de una composición que comprende una emulsión en el que la emulsión comprende agua y un prepolímero emulsionable y en el que el prepolímero emulsionable es el producto de reacción de (i) un compuesto de isocianato, (ii) un compuesto de polioliol y (iii) un compuesto de monol, comprendiendo el método: (a) determinar un perfil de pegajosidad deseado para la emulsión, en el que el perfil de pegajosidad comprende un valor de pegajosidad que oscila entre 1 y 4 tal como se mide mediante el método de ensayo de la pegajosidad para un valor de tiempo particular, y ajustar la razón de grupos reactivos del componente (i) con respecto a (ii) para conseguir el perfil del valor de pegajosidad deseado; (b) introducir agua en los componentes (i), (ii) y (iii) para formar la composición de emulsión; y (c) aplicar la composición de emulsión a un sustrato lignocelulósico formando de ese modo una mezcla que tiene un contenido en agua de humedad que oscila entre el 7% y el 25% basado en el peso total de la mezcla.

50

Breve descripción de los dibujos

Puede obtenerse una comprensión completa de la invención a partir de la siguiente descripción de determinadas realizaciones de la invención cuando se leen conjuntamente con los dibujos adjuntos en los que:

55

La figura 1 es una gráfica que representa el valor de pegajosidad de diversas formulaciones frente al tiempo.

La figura 2 es una gráfica que representa el valor de pegajosidad de una formulación que tiene un contenido en humedad específico frente al tiempo.

60

Descripción detallada de la invención

Tal como se usa en el presente documento, a no ser que se especifique expresamente de otra manera, todos los números tales como aquellos que expresan valores, intervalos, cantidades o porcentajes, pueden leerse como si fuesen precedidos por la palabra “aproximadamente”, aun cuando el término no aparezca expresamente. El plural engloba el singular y viceversa. Por ejemplo, aunque se haga referencia en el presente documento a “un” compuesto

65

de isocianato polimérico, “un” polioliol, “un” monol, puede usarse una combinación (una pluralidad) de estos componentes en la presente invención.

5 Tal como se usa en el presente documento, “pluralidad” significa dos o más.

Tal como se usa en el presente documento, “incluye” y términos similares significan “que incluye sin limitación”.

10 Cuando se hace referencia a cualquier intervalo numérico de valores, se entiende que tales intervalos incluyen todos y cada uno de los números y/o fracciones entre el mínimo y el máximo del intervalo citado. Por ejemplo, se pretende que un intervalo de “1 a 10” incluya todos los subintervalos entre (e incluyendo) el valor mínimo citado de 1 y el valor máximo citado de 10, es decir, que tenga un valor mínimo igual a o mayor que 1 y un valor máximo de igual a o menor de 10.

15 Tal como se usa en el presente documento, “peso molecular” significa peso molecular promedio en peso (M_w) tal como se determina mediante cromatografía de permeación en gel.

20 Tal como se comentará en mayor detalle a continuación, la presente invención se refiere a un método para ajustar el valor de pegajosidad de un material aglutinante formado a partir de una composición que comprende una emulsión en el que la emulsión comprende agua y un prepolímero emulsionable. Tal como se usa en el presente documento, “valor de pegajosidad” significa la propiedad física de las partículas para formar una masa de unida cohesivamente cuando se aplican bajas fuerzas de compresión a la masa tal como se mide mediante el método de ensayo de la pegajosidad que se describe en mayor detalle en los ejemplos.

25 Prepolímero funcional de isocianato (“prepolímero *in situ*”)

Tal como se comentará en mayor detalle a continuación, el prepolímero *in situ*, que es un prepolímero emulsionable, es el producto de reacción de (i) un compuesto de isocianato, (ii) un polioliol y (iii) un monol.

30 Componente (i)

El compuesto de isocianato usado como componente (i) para obtener el prepolímero *in situ* de la presente invención comprende un compuesto de poliisocianato orgánico tal como diisocianato de difenilmetano (MDI). Los compuestos de MDI adecuados incluyen, sin limitación, 4,4'-MDI, 2,4'-MDI, MDI polimérico, variantes de MDI, o mezclas de los mismos.

35 En algunas realizaciones, el componente (i) comprende 4,4'-MDI o una mezcla de 4,4'-MDI y 2,4'-MDI, en el que la mezcla comprende al menos el 50% de 4,4'-MDI, preferiblemente en una cantidad mayor de aproximadamente el 75% en peso tal como mayor de aproximadamente el 90% en peso o mayor de aproximadamente el 95% en peso. En determinadas realizaciones, el componente (i) comprende “MDI polimérico”. Tal como se usa en el presente documento, “MDI polimérico” significa que la composición de poliisocianatos de polimetileno-polifenileno comprende una funcionalidad de al menos 2,5 tal como 2,5-3,5 o 2,5-3,1. Por ejemplo, las mezclas poliméricas de poliisocianatos de polifenilo unidos por puente de metileno que contienen diisocianatos, triisocianato y poliisocianatos de alta funcionalidad pueden denominarse “MDI polimérico”.

45 Otros poliisocianatos adecuados que puede usarse como componente (i) incluyen cualquier compuesto de poliisocianato orgánico o mezcla de compuestos de poliisocianato orgánico, siempre que dichos compuestos tengan al menos 2 grupos isocianato. Los poliisocianatos orgánicos incluyen diisocianatos, particularmente diisocianatos aromáticos, e isocianatos de funcionalidad superior. Los ejemplos de poliisocianatos orgánicos que puede usarse en la composición de la presente invención incluyen isocianatos alifáticos tales como diisocianato de hexametileno; e isocianatos aromáticos tales como diisocianato de m- y p-fenileno, 2,4-diisocianato de tolileno y 2,6-diisocianato de tolileno, 4,4'-diisocianato de difenilmetano, 2,4-diisocianato de clorofenileno, 9,5-diisocianato de naftileno, 4,4'-diisocianato de difenileno, 4,4'-diisocianato de 3,3'-dimetildifenileno, 4,4'-diisocianato de 3-metildifenilmetano y diisocianato de difenil éter; y diisocianatos cicloalifáticos tales como 2,4- y 2,3-diisocianato de ciclohexano, 2,4- y 2,6-diisocianato de 1-metilciclohexilo y mezclas de los mismos y bis-(isocianatociclohexil)metano y triisocianatos tales como 2,4,6-triisocianato de tolueno y 2,4,4-triisocianato de difenil éter. También pueden emplearse poliisocianatos modificados que contienen isocianurato, carbodiimida o grupos uretonimina. Además, en la presente invención pueden usarse poliisocianatos bloqueados, como el producto de reacción de un compuesto de isocianato con otro compuesto tal como los siguientes compuestos: fenoles (por ejemplo, octilfenol, nonilfenol, dodecilfenol), cetonas (por ejemplo, butanona, acetilacetona), ácidos (por ejemplo, ácidos minerales, cloruro de bencilo, ácido clorhídrico), lactamas (por ejemplo, lactama de Vince, N-metil-2-pirrolidona), oximas (por ejemplo, aldoxima, metil etil cetoxima, dimetilglioxima), imidazoles (por ejemplo, etilimidazol, sales de imidazolato), o combinaciones de los mismos, siempre que tengan una temperatura de desbloqueo por debajo de la temperatura aplicada cuando se usa la composición de poliisocianato. En determinadas realizaciones, el poliisocianato puede bloquearse con los compuestos mencionados anteriormente antes de la introducción en los reactivos usados para formar el prepolímero en emulsión de la presente invención. Pueden usarse mezclas de isocianatos, por ejemplo una mezcla de isómeros de diisocianato de tolileno tal como las mezclas disponibles comercialmente de isómeros 2,4 y 2,6 y también la

mezcla de di y poliisocianatos superiores producidos por la fosgenación de condensados de anilina/formaldehído. En determinadas realizaciones, los isocianatos que van a usarse en la presente invención son aquellos en los que el isocianato es un diisocianato o poliisocianato aromático de funcionalidad superior tal como un diisocianato de difenilmetano puro o una mezcla de poliisocianatos de polifenilo unidos con puente de metileno que contienen diisocianatos, triisocianatos y poliisocianatos de funcionalidad superior. Por consiguiente, en algunas realizaciones, los poliisocianatos adecuados incluyen isocianatos SUPRASEC® e isocianatos RUBINATE® que están disponibles de Huntsman Polyurethanes. En algunas realizaciones, el poliisocianato es líquido a temperatura ambiente. La mezcla de poliisocianatos puede producirse según cualquiera de las técnicas conocidas en la técnica. El contenido en isómeros del diisocianato de difenilmetano puede llevarse a los intervalos requeridos, si es necesario, mediante técnicas que se conocen bien en la técnica. Por ejemplo, una técnica para cambiar el contenido en isómeros es añadir MDI monomérico a una mezcla de MDI que contiene una cantidad de MDI polimérico que es mayor que la deseada.

Componente (ii)

El compuesto de poliol usado como componente (ii) para obtener el prepolímero *in situ* de la presente invención puede comprender cualquier compuesto de poliol que se conoce en la técnica tales como poliéter polioles, poliéster polioles, polialcadieno polioles. Por ejemplo, polioles adecuados incluyen, sin limitación, aquellos compuestos de poliol que comprenden en una base promedio de número, desde aproximadamente 1,2 hasta aproximadamente 10 grupos de hidrógeno activo por molécula, tal como desde 1,4 hasta 8 o de 1,6 a aproximadamente 8 o de 1,8 a 6. Los ejemplos no limitativos de grupos de hidrógeno activo adecuados incluyen grupos de alcohol alifático, fenoles, aminas primarias, aminas secundarias, o combinaciones de los mismos. En determinadas realizaciones, los compuestos de poliol contienen al menos dos grupos de hidrógeno activo por molécula.

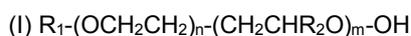
En determinadas realizaciones, los polioles que se usan son poliéter polioles que comprenden óxido de propileno (OP), óxido de etileno (OE), o una combinación de grupos de OP y OE o restos en la estructura polimérica de los polioles. Estas unidades de OP y OE pueden disponerse aleatoriamente o en secciones de bloque a lo largo de toda la estructura polimérica. En determinadas realizaciones, el contenido en OE del poliol oscila entre el 0 y el 100%. En algunas realizaciones, el contenido en OP del poliol oscila entre el 100 y el 0%. Por consiguiente, en algunas realizaciones, el contenido en OE de un poliol puede oscilar entre el 99 y el 33% mientras el contenido en OP oscila entre el 1 y el 66%. Además, en algunas realizaciones, estas unidades pueden ubicarse o bien terminalmente en la estructura polimérica o bien dentro de la secciones interiores de la estructura principal polimérica. Por consiguiente, poliéter polioles adecuados incluyen, sin limitación, poli(oxietileno-oxipropileno)dioles y trioles obtenidos mediante la adición secuencial de óxidos de propileno y etileno a iniciadores di o trifuncionales que se conocen en la técnica. En determinadas realizaciones, el componente (ii) comprende los dioles o trioles mencionados anteriormente o, alternativamente, el componente (ii) puede comprender una mezcla de estos dioles y trioles.

En determinadas realizaciones, los poliéter polioles que van a usarse para preparar el prepolímero *in situ* incluyen los productos obtenidos por la polimerización de óxido de etileno con otro óxido cíclico, por ejemplo, óxido de propileno en presencia de iniciadores polifuncionales tales como agua y polioles de bajo peso molecular, por ejemplo, etilenglicol, propilenglicol, dietilenglicol, dipropilenglicol, ciclohexanodimetanol, resorcinol, bisfenol A, glicerol, trimetilolpropano, 1,2,6-hexanotriol, pentaeritritol, o combinaciones de los mismos.

En algunas realizaciones, los polioles usados como componente (ii) comprenden al menos el 15% en peso (basado en el peso total de poliol) de grupos de óxido de etileno, tales como entre el 50% y el 100% en peso. Los poliéter polioles tienen normalmente una funcionalidad nominal promedio que oscila entre 2-6 así como entre 2-4 ó 2. Tienen un peso equivalente promedio en número que oscila entre 700 y 5.000 tal como entre 1000 y 4.000, entre 1200 y 3500, o entre 1500 y 3000. Por ejemplo, en determinadas realizaciones, el poliol comprende una estructura principal hidrocarbonada que comprende de 10 a 2000 (por ejemplo, 100-1500 ó 500-1000) átomos de carbono en la que no hay heteroátomos dispersos entre tales átomos de carbono.

Componente (iii)

El compuesto de monol usado como componente (iii) para obtener el prepolímero *in situ* de la presente invención comprende un monol que tiene un peso molecular que oscila entre 200 y 1500. En algunas realizaciones, el monol comprende la estructura química representada en la fórmula (I):



en la que R_1 es un grupo libre de hidrógeno activo y que no anula la hidrofiliidad de las unidades de oxietileno; R_2 es o bien hidrógeno o bien un grupo alquilo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono; n es un número desde 1 hasta 34 y m es un número seleccionado de manera que la razón en peso de unidades de oxietileno con respecto a otros grupos oxialquileno es desde 100:0 hasta 50:50.

En determinadas realizaciones, R_1 es un grupo alquilo C_{1-4} , R_2 es o bien hidrógeno o bien un grupo metilo, n es un número desde 4 hasta 25 y m es un número seleccionado de manera que la razón en peso de unidades de

oxietileno con respecto a otros grupos oxialquileno es desde 100:0 hasta 60:40.

En otras realizaciones, R_1 es un grupo metilo, R_2 es hidrógeno, n es un número desde 6 hasta 20 y m es un número seleccionado de manera que la razón en peso de unidades de oxietileno con respecto a otros grupos oxialquileno es desde 100:0 hasta 80:20.

Todavía en otras realizaciones, R_1 es un grupo metilo, R_2 es hidrógeno, n es un número desde 6 hasta 20 y m es cero.

Otros monoles adecuados que pueden usarse incluyen metoxipolioxietileno, tal como CARBOWAX, que está disponible de Dow Chemical Company, Midlands, Michigan, y UCON 50-HB Fluids, que está disponible de Dow Chemical Company, Midlands, Michigan. Por ejemplo, productos tales como CARBOWAX™ MPEG 350, MPEG 550, MPEG 750 son ejemplos de monoles que pueden usarse en la presente invención.

El prepolímero *in situ* se prepara mediante la reacción de una cantidad en exceso del componente (i) cuando se compara con cualquiera de los componentes (ii) o (iii). Por ejemplo, en algunas realizaciones, el componente (i) comprende del 60% en peso al 95% en peso, el componente (ii) comprende del 35% en peso al 1% en peso, y el componente (iii) comprende del 10% en peso al 1% en peso basado en el peso total de los componentes (i), (ii) y (iii) usados para formar el prepolímero *in situ* funcional de isocianato.

Los prepolímeros *in situ* de la invención se caracteriza por una viscosidad menor de 1000 cps a 50°C, y preferiblemente una viscosidad menor de 500 cps a 50°C. Los prepolímeros *in situ* de la invención se caracterizan por que tiene un contenido en isocianato final (% de NCO) que oscila entre el 6% y el 32%, tal como entre el 6% y el 30% o entre el 7% y el 30%, basado en el peso total del prepolímero.

En algunas realizaciones, al menos el 90% de los grupos obtenidos de la reacción del poliisocianato y el poliéter polioliol en la preparación del prepolímero *in situ* son grupos uretano. En determinadas realizaciones, pueden añadirse cantidades bajas de un compuesto de poliisocianato adicional o una variante del mismo al prepolímero *in situ* siempre que el valor de isocianato (NCO) permanezca en el intervalo indicado descrito anteriormente. La cantidad añadida es en general preferiblemente menor de aproximadamente el 20% en peso basado en el peso total del prepolímero *in situ* y el compuesto de poliisocianato adicional. El compuesto de poliisocianato adicional o variante puede seleccionarse de los compuestos de isocianato descritos anteriormente.

El método para preparar el prepolímero *in situ* puede ser cualquier método para formar un prepolímero que se conoce en la técnica. Por ejemplo, el prepolímero *in situ* puede prepararse haciendo reaccionar un compuesto de isocianato con los componentes que contienen hidroxilo, (es decir, componentes (ii) y (iii)). En algunas realizaciones, un compuesto de poliisocianato modificado, que normalmente es diferente del compuesto de isocianato, puede añadirse como reactivo antes o después de la introducción de los componentes que contienen hidroxilo. La reacción se realiza normalmente con mezclado eficaz, con o sin la aplicación de calor, y se prepara habitualmente en una atmósfera inerte (por ejemplo, nitrógeno o aire seco). Si se usa calor, la mezcla puede calentarse hasta una temperatura que oscila entre 40°C y 90°C usando métodos de calentamiento conocidos en la técnica. De otro modo, la reacción se realiza normalmente a temperatura ambiente (es decir, temperatura ambiente, 25°C). En algunas realizaciones, se aplica calor después de mezclar los reactivos. El uso de un catalizador, tal como JEFFCAT ZF-20, un catalizador de gelificación de bis-(2-dimetilaminoetil)éter catalizador disponible de Huntsman Corp., es opcional para catalizar la reacción.

Las cantidades relativas de cada reactivo, los componentes (i), (ii) y (iii), usadas para formar el prepolímero *in situ* dependerán del NCO deseado. Por ejemplo, la razón de grupos reactivos de los componentes (i) y (ii) puede modificarse de manera que la composición de emulsión o composición de aglutinante, que se comenta a continuación, muestra un "perfil de valor de pegajosidad" particular. Tal como se usa en el presente documento, el "perfil de valor de pegajosidad" comprende un "valor de pegajosidad" que oscila entre 1 y 4 tal como se mide mediante el método de ensayo de la pegajosidad para un periodo de tiempo o valor de tiempo dado. Por ejemplo, en referencia a la formulación B en la figura 1, el "perfil de valor de pegajosidad" de este material comprende un "valor de pegajosidad" de 1,0 en el periodo de tiempo o valor de tiempo "tiempo 20". Tal como se usa en el presente documento, "razón de grupos reactivos" significa la razón entre el número de grupos funcionales isocianato del componente (i) con respecto al número de grupos reactivos hidroxilo del componente (ii). En determinadas realizaciones, la razón de grupos reactivos de los componentes (i) y (ii) puede oscilar entre 400:1 y 4:1 tal como entre 200:1 y 20:1 y entre 80:1 y 8:1. Se ha encontrado que aumentar la razón de grupos reactivos del compuesto de isocianato con respecto al compuesto de polioliol, proporciona una composición de emulsión con un "valor de pegajosidad" disminuido (definido en los ejemplos). Alternativamente, disminuir la razón de grupos reactivos del compuesto de isocianato con respecto al compuesto de polioliol proporciona una composición de emulsión con "valor de pegajosidad" aumentado. Al tener la capacidad de aumentar o disminuir el "valor de pegajosidad" de la composición de emulsión que se forma en última instancia, un usuario de la presente invención puede tener la capacidad de conseguir un "valor de pegajosidad" que es similar a o mayor que el "valor de pegajosidad" que se observa normalmente en aglutinantes basados en UF. La presente invención, por tanto, puede abordar al menos una de las deficiencias inherentes de los aglutinantes basados en isocianato, tales como PMDI, que se describieron

anteriormente.

Dado que puede ajustarse el “valor de pegajosidad” de la composición de emulsión, un usuario puede conseguir valores objetivo o perfiles objetivo particulares. Por ejemplo, en algunos casos podría ser deseable tener un “valor de pegajosidad” de 1 cuando la composición de emulsión se combina inicialmente con el sustrato objetivo, tal como una pluralidad de materiales lignocelulósicos, en la “fase de combinación” (por ejemplo, “tiempo 0” en la figura 1). Sin embargo, cuando los materiales lignocelulósicos se forman para dar un objeto particular durante la “fase de formación” (por ejemplo, “tiempo 10” en la figura 1) entonces, en algunas realizaciones, puede ser deseable tener un “valor de pegajosidad” que es mayor de 1. Además, dependiendo del procedimiento que se use, el “valor de pegajosidad” del material aglutinante en la “fase de estera en línea” o la “fase de prensado” puede ser igual a o diferente de los mencionados anteriormente. Debe señalarse que las fases mencionadas anteriormente (por ejemplo, “fase de combinación”, “fase de formación”, etc.) se conocen por los expertos en la técnica y no es necesario comentar cada fase en particular para los fines de esta invención.

La formulación C de la figura 1 muestra que la composición de emulsión de la presente invención puede ajustarse de manera que muestre “pegajosidad dinámica” en contraposición a “pegajosidad estática” y, por tanto, la composición de emulsión o aglutinante de la presente invención puede adaptarse para conseguir un perfil de “valor de pegajosidad” deseado permitiendo así que el usuario optimice el procedimiento en el que se usa la composición de emulsión. Tal como se usa en el presente documento, “pegajosidad dinámica” significa que el “valor de pegajosidad” de la composición puede variar a lo largo de un periodo de tiempo dado. En otras palabras, la composición puede tener un “perfil de valor de pegajosidad” que no es plano, sino que más bien cambia dependiendo de cuándo se mide el “valor de pegajosidad” de la composición (véase el “nivel de pegajosidad” frente a los valores de “tiempo” de la formulación C en la figura 1). Por otro lado, una composición que tiene “pegajosidad estática” tiene un “valor de pegajosidad” constante que no cambia a lo largo de un periodo de tiempo dado. Es decir, las composiciones que tienen “pegajosidad estática” tienen un “perfil de valor de pegajosidad” que es sustancialmente plano (véanse formulaciones A y B en la figura 1).

Composición de emulsión

Tal como se establece en otra parte en el presente documento, la composición de emulsión está compuesta por el prepolímero *in situ* y agua. A diferencia de otros procedimientos en los que un compuesto de prepolímero se forma completamente antes de la introducción de agua, el prepolímero *in situ* de la presente invención puede formarse *in situ* con agua. Por consiguiente, en algunas realizaciones, el prepolímero *in situ* se forma parcialmente antes de la introducción de agua en el procedimiento. Por ejemplo, puede permitirse que los reactivos usados para formar el prepolímero *in situ* (por ejemplo, los componentes (i) a (iii) y, si es aplicable, el compuesto de poliisocianato modificado descrito anteriormente) reaccionen entre sí durante un intervalo de tiempo que oscila entre 1 segundo y 5 minutos. En otras realizaciones, sin embargo, se permite que los reactivos reaccionen durante un intervalo de tiempo mayor de 1 a 5 segundos para que se cumplan diversos requisitos del procedimiento. En ambos ejemplos, se añade agua durante la formación del prepolímero *in situ* y el prepolímero *in situ* se forma en última instancia *in situ* con agua. Alternativamente, el método de la presente invención también permite que se añadan simultáneamente entre sí agua y los reactivos usados para formar el prepolímero *in situ*. En esta realización particular, el prepolímero *in situ* no se forma antes de la introducción de agua ya que los reactivos usados para formar el prepolímero *in situ* no reaccionan previamente entre sí. Por tanto, la formación completa del prepolímero *in situ* se produce *in situ* con agua.

Independientemente de si el prepolímero *in situ* se forma parcial o completamente *in situ* con agua, en última instancia, se forma una composición de emulsión mediante la introducción de agua en los reactivos usados para formar el prepolímero *in situ* y esta composición de emulsión forma parte del material aglutinante que se aplica sobre los diversos sustratos que se dan a conocer en el presente documento.

Aunque se prevé que puede usarse cualquier tipo de agua (por ejemplo, agua desionizada, agua del grifo o municipal, agua filtrada o “ablandada”) para formar la emulsión descrita en el presente documento.

El método usado para formar la emulsión puede ser cualquier método que se conoce en la técnica. En algunas realizaciones, la emulsión se forma al introducir agua y todos los reactivos usados para formar el prepolímero *in situ* en una mezcladora estática en línea, tal como el modelo 275 disponible de Koflow Corporation, y mezclando completamente la mezcla durante un periodo de tiempo que oscila entre 1 minuto y 30 minutos. Aunque la introducción de agua y los reactivos mencionados anteriormente se describe en relación con una mezcladora estática en línea, también pueden usarse otros métodos discontinuos o continuos para preparar una emulsión conocidos en la técnica. La formación de la emulsión puede llevarse a cabo con o sin la aplicación de calor. Si se usa calor, la mezcla puede calentarse hasta una temperatura que oscila entre 15°C y 65°C usando métodos de calentamiento conocidos en la técnica. De otro modo, la formación de la emulsión se lleva a cabo normalmente a temperatura ambiental (es decir, temperatura ambiente, 25°C).

El prepolímero *in situ* de la presente invención está presente en la emulsión en una cantidad que oscila entre el 90% en peso y el 10% en peso, mientras que el agua está presente en una cantidad que oscila entre el 10% en peso y el

90% en peso basado en el peso total del prepolímero *in situ* y el agua en la emulsión. En algunas realizaciones, tanto el prepolímero *in situ* como el agua comprenden cada uno el 50% en peso de la emulsión basado en el peso total de ambos componentes en la emulsión.

5 Para mejorar adicionalmente la estabilidad en almacenamiento y/o la estabilidad en procesamiento de la composición de emulsión, pueden añadirse otros aditivos secundarios a la composición de emulsión. Por ejemplo, puede añadirse un diluyente a la composición de emulsión. Los diluyentes adecuados incluyen plastificantes del tipo mencionado en "Taschenbuch der Kunststoff-Additive", Ed. por R. Gachter y H. Muller, Carl Hanser Verlag Munchen, tercera edición, 1989. Los diluyentes preferidos son ftalatos, carboxilatos alifáticos, ésteres de ácidos grasos, aceite de linaza, aceite de soja y carbonato de propileno. Estos diluyentes pueden añadirse en cantidades que oscilan entre el 0,5% en peso y el 50% en peso basado en el peso total de la emulsión. La composición de emulsión puede comprender aditivos convencionales como retardadores de la llama, agentes conservantes lignocelulósicos, fungicidas, ceras, agentes de apresto, cargas, tensioactivos, agentes tixotrópicos y otros aglutinantes como resinas adhesivas de condensado de formaldehído y lignina (opcionalmente en combinación con un disolvente de lignina tal como se describe en la solicitud de patente PCT n.º EP96/00924).

20 Todavía en otras realizaciones, puede añadirse un agente de desmoldeo a los componentes reactivos usados para formar el prepolímero *in situ* o los componentes usados para formar la emulsión descrita anteriormente. Los agentes de desmoldeo adecuados que puede usarse incluyen, sin limitación, ácidos grasos, ceras, siliconas y diversos jabones y detergentes. Estos agentes de desmoldeo pueden usarse en cantidades que oscilan entre el 0,33% en peso y el 33% en peso, tal como entre el 0,66% en peso y el 16,5% en peso basado en el peso total de la composición.

25 Otros aditivos secundarios que pueden añadirse a la composición de emulsión también incluyen, sin limitación, ceras de apresto, biocidas, retardadores del fuego, agentes bloqueantes conocidos en la técnica. Por ejemplo, los agentes bloqueantes pueden usarse en cantidades que oscilan entre el 0,01% en peso y el 1,0% en peso basado en el peso total de la composición de emulsión y los biocidas pueden usarse en cantidades que oscilan entre el 0,005% en peso y el 0,5% en peso basado en el peso total de la composición de emulsión.

30 Además de los aditivos mencionados anteriormente, en algunas realizaciones, la composición de emulsión puede comprender un catalizador tal como un catalizador metálico. Los catalizadores metálicos adecuados que pueden usarse en la presente invención incluyen, sin limitación, compuestos organometálicos, tales como aquellos que comprenden al menos un metal de transición. El metal de transición puede seleccionarse de los grupos IVB, VB, VIIB, VIIIB y VIIIB de la tabla periódica de los elementos. En algunas realizaciones, el catalizador metálico comprende un compuesto organometálico que comprende uno o más metales seleccionados del grupo que consiste en metales del grupo VIIIB, tales como hierro, de la tabla periódica. En determinadas realizaciones, el compuesto organometálico comprende uno o más ligandos quelantes. Los ejemplos no limitativos de tales ligandos quelantes incluyen, sin limitación, acetilacetona, ésteres de aquilo o arilacetoacetato, gluconato, ciclopentadienilo, o combinaciones de los mismos. En algunas realizaciones, el catalizador metálico que puede usarse como componente (ii) puede ser cualquiera de los que se describen en los siguientes documentos de patentes estadounidenses: patente estadounidense n.º 5.587.414, patente estadounidense n.º 6.288.200, patente estadounidense n.º 6.908.875, patente estadounidense n.º 6.750.310, patente estadounidense n.º 6.288.255 y patente estadounidense n.º 6.762.314.

45 Otros catalizadores adecuados que puede usarse como componente (ii) incluyen, sin limitación, compuestos de organoestaño, tales como dicarboxilatos de dialquilestaño (por ejemplo, dilaurato de dimetilestaño, dilaurato de dibutilestaño, 2-dietil-hexoato de dibutilestaño, diacetato de dibutilestaño, dilaurato de dioctilestaño, maleato de dibutilestaño, diisooctilmaleato de dibutilestaño); sales estannosas de ácidos carboxílicos (por ejemplo, octoato estannoso, diacetato estannoso, dioleato estannoso); mercáptidos de mono y diorganoestaño (por ejemplo, dimercáptido de dibutilestaño, dimercáptido de dioctilestaño, diisooctilmercaptoacetato de dibutilestaño); derivados de diorganoestaño de beta-diletonas (por ejemplo, bis-acetilacetato de dibutilestaño); óxidos de diorganoestaño (por ejemplo, óxido de dibutilestaño); y haluros de mono- o diorganoestaño (por ejemplo, dicloruro de dimetilestaño y dicloruro de dibutilestaño). Otros catalizadores adecuados que pueden usarse como componente (ii) también incluyen, sin limitación, compuestos de organobismuto, tales como carboxilatos de bismuto (por ejemplo, tris(2-
55 etilhexoato de bismuto), neodecanoato de bismuto y naftenato de bismuto).

60 Por consiguiente, en determinadas realizaciones, el catalizador metálico puede incluir, sin limitación, compuestos organometálicos que se derivan de hierro (por ejemplo, acetilacetato férrico), acetilacetato de cobalto, acetilacetato de níquel, dilaurato de dibutilestaño, mercáptido de dibutilestaño, tris(2-etilhexoato) de bismuto o combinaciones de los mismos. En determinadas realizaciones, el catalizador metálico es un compuesto organometálico que es un derivado de hierro. Un experto en la técnica reconocerá que, en determinadas realizaciones, puede describirse que el acetilacetato férrico, acetilacetato de cobalto, acetilacetato de níquel comprenden un ligando quelante y un metal de transición.

65

Descripción del material de sustrato objetivo

La composición de emulsión de la presente invención se aplica normalmente a un material de sustrato objetivo con el fin de formar una mezcla que tiene un contenido en agua de humedad que oscila entre el 7% y el 25%, tal como entre el 10% y el 20%, basado en el peso total de la mezcla. En determinadas realizaciones, el material de sustrato objetivo comprende un material lignocelulósico que puede incluir, sin limitación, madera, corteza de madera, corcho, bagazo, paja, lino, bambú, esparto, cascarillas de arroz, fibras de sisal, fibras de coco, virutas de madera, fibras de madera, astillas de madera, polvo de madera, harina de madera, kenaf, cáscara de nuez, cáscaras de cereales (por ejemplo, arroz y avena), o combinaciones de los mismos. Adicionalmente, pueden mezclarse con los materiales lignocelulósicos otros materiales particulados o fibrosos tales como residuos de espuma molidos (por ejemplo, residuos de espuma de poliuretano molidos), cargas minerales, fibra de vidrio, mica, caucho, residuos textiles tales como fibras de plástico y materiales textiles. Estos materiales pueden usarse en forma de granulados, virutas o astillas, fibras, hebras, esferas o polvo. En determinadas realizaciones, estos materiales pueden tener un contenido en humedad que oscila entre el 2% y el 50% tal como entre aproximadamente el 5% y el 20% o entre el 8% y el 20%. Cuando la composición de emulsión de la invención se aplica al material lignocelulósico, la razón en peso de la composición de emulsión con respecto al material lignocelulósico variará dependiendo en la densidad aparente del material lignocelulósico empleado. Las composiciones de emulsión pueden aplicarse en cantidades tales para dar una razón en peso de la composición de emulsión con respecto al material lignocelulósico que oscila entre 1:99 y 1:4 tal como entre 1:40 y 1:8. Si se desea, pueden usarse otros agentes aglutinantes convencionales, tales como resinas adhesivas de condensado de formaldehído conocidas en la técnica, conjuntamente con la composición de emulsión de la presente invención.

Descripción del procedimiento para la preparación de materiales compuestos lignocelulósico25 1. Preparación de sustrato objetivo lignocelulósico

En determinadas realizaciones de la presente invención, el material objetivo lignocelulósico se seca primero hasta el contenido en humedad requerido. El contenido en humedad requerido puede oscilar entre el 1% y el 20% en peso.

30 2. Aplicación de la composición de emulsión al sustrato objetivo

La composición de emulsión puede añadirse entonces al material objetivo en una cantidad que oscila entre el 1% en peso y el 30% en peso basado en el peso total de la emulsión y el material objetivo.

35 3. Formación de la pre-estera/pre-conformación

La mezcla resultante del material objetivo y la composición de emulsión puede formarse entonces para dar "pre-esteras" para la fabricación de paneles o cualquier otra conformación requerida. El uso de una composición de emulsión de la presente invención puede aumentar el valor de pegajosidad de las pre-esteras, permitiendo así una producción más eficaz del artículo final debido a la mejora en la consistencia en la integridad de la estera/conformación antes del prensado y, por tanto, puede dar como resultado un menor desperdicio debido a la pobre distribución lignocelulósica.

45 4. Prensado de la pre-estera/pre-conformación

La pre-estera/pre-conformación puede comprimirse entonces para formar paneles o artículos moldeados, conformados tridimensionales y curarse con calor y presión. Las temperaturas apropiadas para el procedimiento de compresión están generalmente en el intervalo de desde 70°C hasta 250°C tal como desde 120°C hasta 220°C o desde 140°C hasta 205°C. Las presiones usadas en los procedimientos de compresión para conseguir las dimensiones de producto requeridas pueden oscilar entre 15 bar y 300 bar. Los tiempos de compresión dependerán del grosor y la densidad del producto que está produciéndose. En algunas realizaciones, el uso de la composición de emulsión de la presente invención puede permitir que un usuario forme artículos con grosores de más de 25 mm o más sin el uso de precalentadores por inyección de vapor, precalentadores por radiofrecuencia y prensado por inyección de vapor.

Pueden producirse tableros o piezas moldeadas de múltiples capas de manera análoga a partir de contrachapados, papel o materiales textiles tejidos mediante el tratamiento de las capas con la composición de emulsión descrita anteriormente y posteriormente prensándolas, generalmente a temperatura y presión elevadas. Las temperaturas que experimenta directamente la superficie del material compuesto pueden oscilar entre 100°C y 205°C tal como entre 140°C y 220°C. Las temperaturas que experimenta directamente el núcleo del material compuesto para garantizar la producción de los materiales compuestos con la estabilidad dimensional y el rendimiento físico deseados cuando se usa una composición de poliisocianato de la invención pueden oscilar entre 70°C y 140°C, tal como entre 80°C y 130°C o entre 85°C y 120°C. La presión de compresión inicial puede oscilar entre 15 bar y 300 bar tal como entre 50 bar y 200 bar.

Debe señalarse que en esta etapa, la emulsión o composición aglutinante está sustancialmente curada.

5. Producto pos-prensado/final

Los productos de madera de material compuesto producidos con el aglutinante de la presente invención pueden mostrar un aspecto excelente debido a la temperatura de prensado significativamente baja acoplada con tiempos de ciclo reducidos que dan como resultado una degradación de la superficie o carbonización de agentes de desmoldeo externos significativamente reducida. Además, se obtienen excelentes propiedades de unión interna, buena estabilidad dimensional y excelente durabilidad exterior de los materiales resultantes y pueden usarse por tanto en cualquiera de las situaciones donde tales artículos se usan habitualmente. Además, a diferencia de otros productos de madera de material compuesto que tienen un contenido en humedad relativamente bajo tras la formación del producto de material compuesto, el producto de madera de material compuesto (material compuesto lignocelulósico) de la presente invención muestra un contenido en humedad relativamente alto. Por ejemplo, el contenido en humedad del producto de madera de material compuesto de la presente invención puede oscilar entre el 5% y el 15%, tal como entre el 6% y el 15% o entre el 8% y el 15%, basado en el peso total del producto de madera de material compuesto, mientras que los productos de madera de material compuesto que usan métodos de fabricación convencionales tienen un contenido en humedad que oscila entre el 1% y el 5%.

Aunque se han descrito en detalle realizaciones específicas de la invención, los expertos en la técnica apreciarán que podrían desarrollarse diversas modificaciones y alternativas a esos detalles a la luz de las enseñanzas globales de la divulgación. Por consiguiente, las disposiciones particulares dadas a conocer pretenden ser solamente ilustrativas y no limitativas del alcance de la invención que viene dado por el alcance total de las reivindicaciones adjuntas y todos y cada uno de los equivalentes de las mismas. Por tanto, cualquiera de las características y/o elementos que se enumeraron anteriormente puede combinarse con otra en cualquier combinación y todavía está dentro del alcance de esta divulgación.

25 Ejemplos

Preparación de la composición de emulsión:

Se prepararon emulsiones mezclando una combinación de poliol con pMDI usando los componentes encontrados en la tabla 1, seguido por un emulsionamiento de la combinación de poliol y la mezcla de pMDI. Las mezclas se prepararon en un frasco de vidrio de 250 ml y se agitaron a mano durante aproximadamente 30 segundos hasta que se formó una emulsión blanca lechosa consistente.

Tabla 1: Formulaciones A - D:

Componente	Formulación A (eMPI de control)	Formulación B (pMDI de control)	Formulación C (Poliol n.º 1)	Formulación D (Poliol n.º 2)
pMDI	475	500	400	417
Monol	25	0	29	21
Poliol n.º 1	0	0	71	0
Poliol n.º 2	0	0	0	62
Peso total (gramos)	500	500	500	500

Método de ensayo de la pegajosidad:

Los ensayos de la pegajosidad se llevaron a cabo en partículas de madera combinadas con las formulaciones de aglutinante preparadas según la tabla 1 y el método descrito anteriormente. Los ensayos se llevaron a cabo según el método de ensayo de la pegajosidad que es tal como sigue:

Se examinaron las partículas de madera obtenidas de un procedimiento de formación de tableros de partículas comercial para retirar las partículas pequeñas y grandes usando una máquina de tamizado Cason. Las partículas se equilibraron entonces durante 2 semanas en una cabina de humedad hasta obtener un contenido en humedad en equilibrio (EMC) del 10%. Se añadieron 30 gramos de las partículas de madera preparadas a una máquina pequeña procesadora de alimentos. Se prepararon las emulsiones mezclando 50 gramos cada uno de agua y el prepolímero *in situ* en un frasco de vidrio de 250 ml y se agitó a mano durante aproximadamente 30 segundos hasta que se formó una emulsión blanca lechosa consistente. Se combinaron las partículas en la procesadora de alimentos durante aproximadamente 60 segundos mientras que las emulsiones aglutinantes se añadieron gota a gota a las partículas de madera mientras se mezclaban. Tras el mezclado, se retiró el material combinado de la procesadora de alimentos y se colocó en la mano del experimentador (mano que sujeta). A continuación, se intentó obtener una bola en la mano, comprimiendo el material durante tres segundos. La compresión se llevó a cabo apretando la bola con la mano que sujeta y con la otra mano libre. La "bola" (o falta de una bola) de material resultante se evaluó entonces haciendo botar la bola en la mano que sujeta. Entonces se dio a la bola de material una clasificación de pegajosidad ("valor de pegajosidad") basándose en la integridad de la bola formada. Este sistema de clasificación se muestra en la figura 2 a continuación. Tras la evaluación de la pegajosidad, se colocó entonces el material en una pila sobre la superficie de un banco del laboratorio y se volvió a someter a ensayo para determinar la pegajosidad

cada 10 minutos, hasta que habían transcurrido 40 minutos del tiempo de combinación.

Tabla 2: Sistema de clasificación de la pegajosidad (valor de pegajosidad o nivel de pegajosidad):

Clasificación de la pegajosidad *	Descripción
1	Sin pegajosidad (no se forma una bola)
2	Pegajosidad ligera (se forma una bola débil, se rompe al hacerla botar)
3	Pegajosidad (se forma una bola, permanece unida en su mayoría mientras se hace botar)
4	Alta pegajosidad (se forma una bola apretada y permanece intacta mientras se la hace botar)

*Se usan clasificaciones de ½ en casos en los que los resultados no se encuentran entre dos clasificaciones en la escala de clasificación de la pegajosidad.

5 La tabla 3 muestra los resultados de los ensayos de la pegajosidad para las formulaciones de aglutinante preparadas con los reactivos enumerados en la tabla 1. Los resultados de pegajosidad se determinaron usando el método de análisis de pegajosidad descrito anteriormente.

10 Tabla 3: Resultados de los ensayos de la pegajosidad (clasificación de la pegajosidad 1-4 mediante el método de ensayo de la pegajosidad):

Tiempo (minutos desde la combinación)	Formulación A (eMDI de control)	Formulación B (pMDI de control)	Formulación C
0	2	1	2
5	1	1	3
10	1	1	4
15	1	1	3
20	1	1	3
25	1	1	2
30	1	1	1
35	1	1	1

15 En referencia a la figura 1 y la tabla 3, los datos muestran que las formulaciones A y B mostraron no solo propiedades de "pegajosidad estática" sino que no tuvieron en modo alguno propiedades de pegajosidad (es decir, tuvieron un valor de pegajosidad de 1). En contraposición, la formulación C mostró propiedades de "pegajosidad dinámica". Por consiguiente, pueden conferirse propiedades de pegajosidad a prepolímeros *in situ* basados en pMDI tal como se da a conocer en la presente invención. Además, tal como puede observarse en la figura 1 y en la tabla 3, el valor de pegajosidad puede controlarse modificando el tipo de polioliol y/o la razón de grupos reactivos entre el polioliol y el compuesto de isocianato usados en la invención confiriendo de ese modo propiedades de pegajosidad dinámica al material de aglutinante de la presente invención. Por consiguiente, mediante el uso de la presente invención puede conseguirse una emulsión que imita sustancialmente el perfil de pegajosidad de una resina de urea-formaldehído, que se usa normalmente en la industria. Por tanto, la presente invención puede permitir el uso de una emulsión libre de formaldehído como aglutinante para materiales lignocelulósicos.

25 Contenido en humedad

30 Se usó la formulación D para mostrar el efecto del contenido en humedad sobre la cantidad de pegajosidad que puede resultar de una composición de emulsionamiento de la presente invención. La tabla 4 muestra los resultados del ensayo de la pegajosidad para las formulaciones de aglutinante preparadas con los reactivos enumerados para la formulación D en la tabla 1. Los resultados de pegajosidad se determinaron empleando el método de ensayo de la pegajosidad descrito anteriormente.

35 Tabla 4: Resultados del ensayo de la pegajosidad (clasificación de la pegajosidad 1 - 4 mediante el método de ensayo de la pegajosidad):

Tiempo (minutos desde la combinación)	Contenido en humedad del 5% en la formulación D	Contenido de humedad del 10% en la formulación D	Contenido de humedad del 15% en la formulación D	Contenido de humedad del 20% en la formulación D
0	1,5	2	3	2,5
5	1,5	2,5	4	3
10	2	2	3	4
15	1	1,5	3	3,5
20	1	1	2,5	3
25	1	1	2	3

En referencia a la figura 2 y a la tabla 4, los datos muestran que, en cualquier tiempo dado, el valor de pegajosidad de la formulación D aumenta cuando aumenta el contenido en humedad de la mezcla.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Método para ajustar el valor de pegajosidad de un material aglutinante formado a partir de una composición que comprende una emulsión en el que la emulsión comprende agua y un prepolímero emulsionable y en el que el prepolímero emulsionable es el producto de reacción de (i) un compuesto de isocianato, (ii) un compuesto de polioliol y (iii) un compuesto de monol, comprendiendo el método: (a) determinar un perfil de pegajosidad deseado para la emulsión, en el que el perfil de pegajosidad comprende un valor de pegajosidad que oscila entre 1 y 4 tal como mide mediante el método de ensayo de la pegajosidad, tal como se define en la descripción, para un valor de tiempo particular, y ajustar la razón de grupos reactivos del componente (i) con respecto a (ii) para conseguir el perfil del valor de pegajosidad deseado; (b) introducir agua en los componentes (i), (ii) y (iii) para formar la composición de emulsión; y (c) aplicar la composición de emulsión a un sustrato lignocelulósico formando de ese modo una mezcla que tiene un contenido en agua de humedad que oscila entre el 7% y el 25% basado en el peso total de la mezcla.
- 10
- 15 2. Método según la reivindicación 1, en el que la razón de grupos reactivos del componente (i) con respecto a (ii) se ajusta antes de la etapa (b).
3. Método según la reivindicación 1, en el que el método comprende además (d) curar la mezcla tras la etapa (c).
- 20 4. Método según la reivindicación 3, en el que el método comprende además combinar la mezcla antes del curado.
5. Método según la reivindicación 4, en el que el método comprende además añadir un compuesto aditivo secundario a la mezcla antes del curado de la mezcla.
- 25 6. Método según la reivindicación 5, en el que el aditivo secundario comprende un agente de desmoldeo, un diluyente, o combinaciones de los mismos.
- 30 7. Método según la reivindicación 1, en el que el compuesto de polioliol comprende una estructura principal hidrocarbonada que comprende de 4 a 2000 átomos de carbono, y en el que no hay heteroátomos dispersos entre tales átomos de carbono.
- 35 8. Método según la reivindicación 1, en el que el compuesto de polioliol comprende un poliéter polioliol, poliéster polioliol, polialcadieno polioliol, o combinaciones de los mismos.
9. Método según la reivindicación 1, en el que el componente (i) comprende del 60% en peso al 95% en peso, el componente (ii) comprende del 1% en peso al 35% en peso, y, cuando está presente, el componente (iii) comprende del 1% en peso al 10% en peso basado en el peso total de los componentes (i), (ii) y (iii).
- 40 10. Método según la reivindicación 1, en el que la razón de agua con respecto a prepolímero emulsionable oscila entre 7:1 y 1:1 basado en el peso total del prepolímero emulsionable y agua.
- 45 11. Método según la reivindicación 1, en el que el prepolímero emulsionable tiene un contenido en NCO que oscila entre el 18% y el 28% de porcentaje en peso basado en el peso total del prepolímero emulsionable.
12. Método según la reivindicación 1, en el que la razón de grupos reactivos del componente (i) con respecto a (ii) se ajusta durante la etapa (b).
- 50 13. Método según la reivindicación 1, en el que el componente (iii) comprende la siguiente estructura química:
- $$\text{CH}_3-(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_n-\text{OH}$$
- 55 en el que n es de 1 a 34.

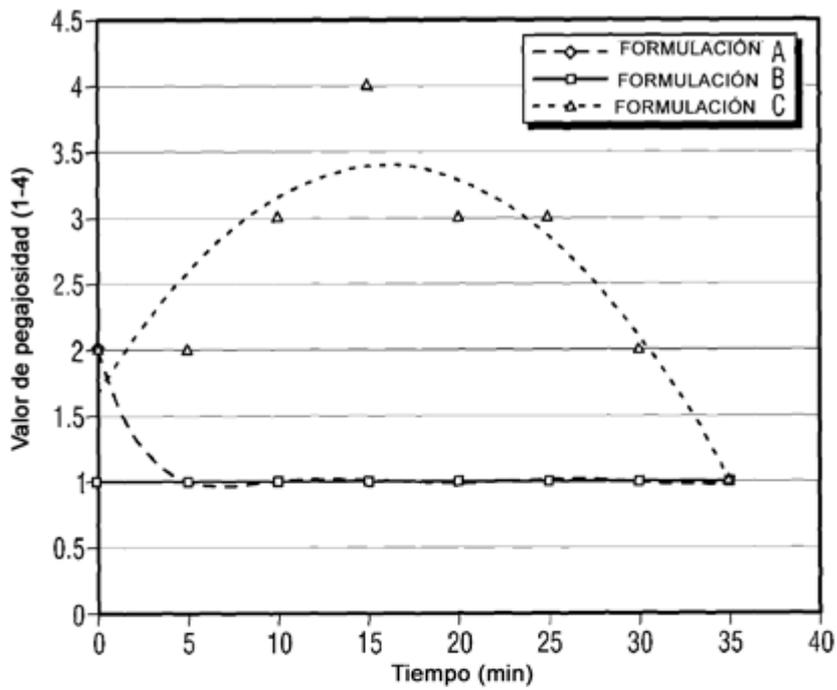


FIG. 1

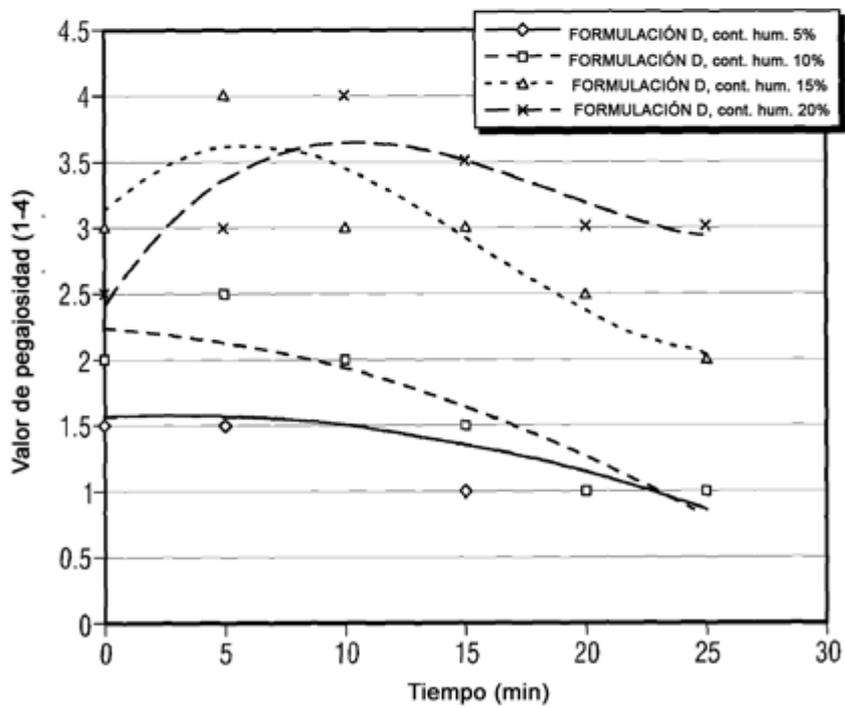


FIG. 2