

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 711 772**

51 Int. Cl.:

C08G 18/76 (2006.01)
C08G 18/48 (2006.01)
C08G 101/00 (2006.01)
C08G 18/12 (2006.01)
A47G 9/10 (2006.01)
C08J 9/00 (2006.01)
A47C 27/14 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **26.10.2015 PCT/US2015/057295**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **06.05.2016 WO16069437**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.10.2015 E 15790418 (6)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **28.11.2018 EP 3212689**

54 Título: **Prepolímero hidrófilo para espumas de poliuretano**

30 Prioridad:

29.10.2014 US 201462072198 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
07.05.2019

73 Titular/es:

**DOW GLOBAL TECHNOLOGIES LLC (100.0%)
2040 Dow Center
Midland, MI 48674, US**

72 Inventor/es:

**SRIVASTAVA, YASMIN N.;
GAMBOA, ROGELIO y
DUGGAL, RAJAT**

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 711 772 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

Prepolímero hidrófilo para espumas de poliuretano

Campo

5 Las realizaciones se refieren a un prepolímero hidrófilo para su uso en la formación de una capa de espuma de poliuretano para aplicaciones de confort. Las aplicaciones de confort ejemplares incluyen almohadas, cubrecolchones, y colchones.

Introducción

10 Los polímeros de poliuretano formados usando prepolímeros terminados en isocianato derivados del diisocianato de difenilmetileno (MDI, por sus siglas en inglés) se discuten en la Publicación Internacional de número WO 2004/074343. Sin embargo, se buscan prepolímeros hidrófilos para su uso en la formación de espumas de poliuretano específicamente optimizados para su uso en aplicaciones de confort. En particular, las espumas de poliuretano en almohadas, cubrecolchones, y colchones tienen una tendencia a almacenar calor, lo que tiene la desventaja de que el usuario siente un aumento incómodo de la temperatura durante el uso.

15 El Documento de Patente de los EE.UU. de Número US 2006/058408 A1 describe composiciones con funcionalidad isocianato entre 2,2 y 2,9 que incluyen: a) del 20 al 80 % en peso del producto de reacción del MDI con un polioli poliéter de óxido de etileno/óxido de propileno de funcionalidad 2 a 8, un peso molecular promedio de 200 a 6.000, y un contenido de óxido de etileno del 20 al 90 % con un contenido de grupo NCO libre del 26 al 33 % en peso; y del 20 al 80 % en peso de polímero MDI.

Compendio

20 Las realizaciones se pueden llevar a cabo proporcionando una espuma de poliuretano para aplicación de confort que incluye el producto de reacción de una primera composición que tiene del 20 % en peso al 80 % en peso de un componente acuoso y del 20 % en peso al 80 % en peso de un componente prepolímero terminado en isocianato hidrófilo. El componente acuoso incluye al menos un 90 % en peso de agua basado en el peso total del componente acuoso, y el componente prepolímero terminado en isocianato hidrófilo tiene un contenido de NCO libre del 1 % en peso al 15 % en peso y es un producto de reacción de una segunda composición que incluye un componente de isocianato y un componente reactivo de isocianato. El componente de isocianato incluye al menos el 90 % en peso de diisocianato de difenilmetano (MDI, por sus siglas en inglés) y una relación en peso del isómero 4,4'-diisocianato de difenilmetano a isómero 2,4'-diisocianato de difenilmetano mayor de 1:1 y menor de 10:1, el componente reactivo de isocianato incluye polietilenglicol y polioli de polioxipropileno-polioxietileno con un peso molecular de desde 3.000 g/mol a 7.500 g/mol y un contenido de polioxietileno de al menos el 50 % en peso, y el componente prepolímero terminado en isocianato hidrófilo tiene un contenido de polioxietileno del 45 % al 75 % en peso, basado en el peso total de la segunda composición.

Descripción detallada

35 Las realizaciones se refieren a una espuma a base de poliuretano que se forma usando un prepolímero hidrófilo. Por prepolímero hidrófilo se entiende un prepolímero terminado en isocianato basado en la química del poliuretano (es decir, la reacción de un resto isocianato con un grupo de hidrógeno activo tal como un grupo hidroxilo) que se relaciona o tiene una fuerte afinidad por el agua, en oposición a un prepolímero hidrófobo. Por espuma a base de poliuretano para su uso en aplicaciones de confort, se entiende una espuma que usa la química reactiva del poliuretano para su uso como recubrimientos de superficies o materiales de núcleo para mejorar el confort térmico y la humedad en aplicaciones de confort tales como almohadas y colchones. Con respecto a las realizaciones, la espuma se define como un producto de reacción no basado en gel de al menos un prepolímero terminado en isocianato y agua. El confort térmico mejorado se define como aquel que exhibe un calor específico que es mayor de 2,0 J/g·°C (por ejemplo, de 2,1 a 8,0 J/g·°C, de 2,2 a 4,0 J/g·°C, de 2,5 a 3,5 J/g·°C, de 2,7 a 3,2 J/g·°C, etc.) y una conductividad térmica que es mayor de 0,05 W/m·°K (por ejemplo de 0,05 a 0,200, de 0,08 a 0,180, etc.).

45 La espuma puede tener una densidad que varía de 64,1 a 144,2 kg/m³ (es decir, de 4,0 a 9,0 lb/pie³). Con respecto a la captación de agua medida, la espuma puede exhibir un cambio en el peso del 300 % al 700 % después de la inmersión en agua durante un minuto a temperatura ambiente. La espuma puede exhibir un flujo de aire de 2,5 a 5,9 m³/h (es decir, de 1,5 a 3,5 pie³/min). La espuma puede exhibir una temperatura superficial de menos de 24,5°C cuando se mantiene a temperatura ambiente durante un período de 24 horas. Por ejemplo, si la temperatura ambiente es de 23°C, la espuma puede exhibir una temperatura superficial de menos de 23°C (por ejemplo, de 20,0°C a 22,8°C), de modo que sea menor que la temperatura ambiente. Si la temperatura ambiente es 22°C, la espuma puede exhibir una temperatura superficial de solo 0,2°C a 2,0°C (por ejemplo, de 0,2°C a 1,0°C, de 0,2°C a 1,0°C, de 0,2°C a 0,5°C, etc.) menor que la temperatura ambiente.

55 La espuma de poliuretano es un producto de reacción de una composición que incluye al menos un componente acuoso y un componente prepolímero terminado en isocianato hidrófilo. Además, la composición para formar la espuma de poliuretano puede incluir un componente aditivo en una cantidad del 0,1 % en peso al 10 % en peso. Por

ejemplo, el componente aditivo puede incluir tensoactivo(s), tinte(s), pigmento(s), fragancia(s), antioxidante(s), y/o catalizador(es).

5 El componente prepolímero terminado en isocianato hidrófilo tiene un contenido de NCO libre del 1 % en peso al 15 % en peso (por ejemplo, del 5 % en peso al 10 % en peso, del 6 % en peso al 8 % en peso, etc.) y es un producto de reacción de un componente de isocianato y un componente reactivo de isocianato. El componente de isocianato incluye al menos el 90 % en peso (por ejemplo, al menos el 95 % en peso y/o al menos el 99 % en peso de diisocianato de metilendifenilo (MDI, por sus siglas en inglés) y una relación en peso del isómero 4,4'-metilendifenilisocianato a isómero 2,4'-metilendifenilisocianato mayor de 1:1 y menor de 10:1. En particular, la cantidad del isómero 4,4'-metilendifenilisocianato es mayor que la cantidad del isómero 2,4'-metilendifenilisocianato (por ejemplo, de 2 a 8 veces mayor, de 3 a 7 veces mayor, de 3 a 6 veces mayor, y/o de 3 a 5 veces mayor). El componente reactivo de isocianato incluye polietilenglicol y un polioliol de polioxipropileno-polioxietileno, mientras que el polioliol de polioxipropileno-polietileno tiene un peso molecular de desde 3.000 g/mol a 7.000 g/mol (por ejemplo, de 4.000 g/mol a 6.000 g/mol) y un contenido de polioxietileno de al menos el 50 % en peso (por ejemplo, del 55 % en peso al 85 % en peso, del 60 % en peso al 80 % en peso, del 65 % en peso al 80 % en peso, del 70 % en peso al 80 % en peso, y/o del 74 % en peso al 76 % en peso). El componente prepolímero terminado en isocianato hidrófilo tiene un contenido total de polioxietileno del 45 % en peso al 75 % en peso (por ejemplo, del 50 % en peso al 75 % en peso, del 55 % en peso al 70 % en peso, y/o del 60 % en peso al 65 % en peso), basado en el peso total de la segunda composición.

Componente acuoso

20 El componente acuoso representa del 20 % en peso al 80 % en peso del peso total de la composición para formar la espuma de poliuretano. Por ejemplo, el componente acuoso está presente en una cantidad del 30 % en peso al 70 % en peso, del 40 % en peso al 60 % en peso, y/o del 45 % en peso al 55 % en peso, basado en el peso total de la composición para formar la espuma de poliuretano. El componente acuoso es al menos el 90 % en peso de agua, basado en el peso total del componente acuoso. Además del agua, el componente acuoso puede incluir al menos un aditivo, tal como una carga, disolvente, retardante de llama y/u otros aditivos conocidos en la técnica para su uso en espumas de poliuretano.

Componente prepolímero terminado en isocianato hidrófilo

30 El componente prepolímero terminado en isocianato hidrófilo representa del 20 % en peso al 80 % en peso del peso total de la composición para formar la espuma de poliuretano. Por ejemplo, el componente prepolímero terminado en isocianato hidrófilo está presente en una cantidad del 30 % al 70 % en peso, del 40 % al 60 % en peso, y/o del 45 % al 55 % en peso, basado en el peso total de la composición para formar la espuma de poliuretano. El componente prepolímero terminado en isocianato hidrófilo es el producto de reacción de una composición para formar el prepolímero que incluye el componente isocianato y el componente reactivo con isocianato.

35 El componente de isocianato incluye al menos el 90 % en peso de MDI (por sus siglas en inglés), de los cuales la cantidad del isómero 4,4'-metilendifenilisocianato es mayor que la cantidad del isómero 2,4'-metilendifenilisocianato. Según realizaciones ejemplares, el resto del componente de isocianato que no se contabiliza con el isómero 4,4'-MDI (por sus siglas en inglés) y/o el isómero 2,4'-MDI (por sus siglas en inglés) puede incluir diisocianato de tolueno, diisocianato de hexametileno, diisocianato de isoforona, diisocianato de polietileno, isocianato de polifenil metileno, carbodiimida o aductos de alofonato o uretonimina de diisocianato de difenilmetano, y mezclas de los mismos. En realizaciones ejemplares, el componente de isocianato consiste esencialmente en MDI (por sus siglas en inglés), de modo que el diisocianato de tolueno se excluye del componente prepolímero terminado en isocianato hidrófilo. El componente de isocianato puede estar presente en una cantidad del 30 % en peso al 60 % en peso, basado en el peso total de la composición para formar el prepolímero.

45 El componente reactivo con isocianato incluye polietilenglicol (también conocido como PEG (por sus siglas en inglés) y polioxietilenglicol). El polietilenglicol puede tener un peso molecular promedio en número de 500 g/mol a 2.000 g/mol (por ejemplo, de 500 g/mol a 1.500 g/mol, de 750 g/mol a 1.250 g/mol, de 900 g/mol a 1.100 g/mol, etc.). El polietilenglicol puede ser el componente principal en la composición para formar el prepolímero. Por componente principal se entiende que la cantidad de ese componente es mayor que la cantidad de cada uno de los otros componentes (es decir, el polietilenglicol tiene el porcentaje más alto en peso dentro de la composición para formar el prepolímero). El polietilenglicol puede representar del 40 % en peso al 65 % en peso (por ejemplo, del 45 al 65 % en peso, del 45 % al 60 % en peso, del 50 % al 55 % en peso, etc.) del peso total de la composición. La cantidad de polietilenglicol puede ser mayor que la cantidad total del componente de isocianato.

55 El componente reactivo con isocianato incluye además un polioliol de polioxipropileno-polioxietileno con un peso molecular de desde 3.000 g/mol a 7.500 g/mol y un contenido de polioxietileno de al menos el 50 % en peso, basado en el peso total del polioliol de polioxietileno-polioxipropileno. El polioliol de polioxipropileno-polioxietileno puede tener una funcionalidad hidroxilo nominal de 1,6 a 8 (por ejemplo, de 1,6 a 3,5). Un resto del contenido en peso del polioliol de polioxietileno-polioxipropileno basado en un total del 100 % en peso se contabiliza con el polioxipropileno, por ejemplo, el contenido de polioxipropileno es al menos el 5 % en peso en el polioliol. Por ejemplo, el contenido de polioxietileno es del 55 % en peso al 85 % en peso, del 60 % en peso al 80 % en peso, del 65 % en peso al 80 % en peso, del 70 % en peso al 80 % en peso y/o del 74 % en peso al 76 % en peso, siendo el resto polioxipropileno. La composición para

formar el prepolímero puede incluir un mínimo del 2 % en peso (por ejemplo, del 2 % en peso al 10 % en peso, del 2 % en peso al 7 % en peso, del 2 % en peso al 5 % en peso, y/o del 3 % en peso al 5 % en peso) del peso total de la composición para formar el prepolímero.

5 El componente reactivo con isocianato puede incluir al menos otro poliéter poliol. El al menos otro poliéter poliol puede tener una funcionalidad hidroxilo nominal promedio de 1,6 a 8 (por ejemplo, de 1,6 a 3,5) y un peso molecular promedio en número de 1.000 a 12.000 (por ejemplo, de 1.000 a 8.000, de 1.200 a 6.000, de 2.000 a 5.500, etc.). Además, en la composición para preparar el prepolímero se pueden usar combinaciones de otros poliéter polioles, incluidas sustancias monohidroxiladas, y sustancias diol y triol de bajo peso molecular o aminas, de funcionalidad y contenido de polioxietileno variables.

10 En la preparación del componente prepolímero se pueden usar aditivos (tales como los aditivos conocidos en la técnica para su uso en la formación de prepolímeros y poliuretanos). Por ejemplo, la composición para formar el componente prepolímero puede incluir al menos un catalizador, al menos un agente reticulante, y/o al menos un extensor de cadena.

15 El prepolímero hidrófilo tiene un contenido de polioxietileno del 45 % al 75 % en peso, basado en el peso total de la composición para formar el prepolímero. El contenido de NCO libre del prepolímero hidrófilo puede ser de menos del 15 % en peso, de menos del 10 % en peso, y/o de menos del 8 % en peso (por ejemplo, del 5 % en peso al 15 % en peso, del 5 % en peso al 13 % en peso, del 6 % en peso al 11 % en peso, del 6 % en peso al 8 % en peso, del 6,5 % en peso al 7,5 % en peso, etc.). El poliisocianato se puede volver a mezclar en el prepolímero a base de MDI para alcanzar el contenido de NCO libre deseado.

20 El componente prepolímero hidrófilo se puede preparar combinando el componente de isocianato y el componente de poliol a 20-100°C. Si se desea, el componente prepolímero hidrófilo se puede preparar en presencia de un catalizador formador de uretano, tal como una amina terciaria, o compuesto de estaño. Las cantidades relativas de diisocianatos totales y de polioles totales se pueden elegir para alcanzar un contenido en NCO libre deseado del prepolímero. La cantidad equivalente de diisocianato puede ser mayor que la cantidad equivalente del poliol. La preparación del prepolímero puede ser conocida por los expertos en la técnica.

Composición

30 La espuma de poliuretano hidrófila se puede preparar poniendo en contacto bajo condiciones de reacción el prepolímero terminado en isocianato con el componente acuoso. El componente acuoso primario incluye agua y podría incluir pequeñas cantidades de aditivos como tensoactivo(s), catalizador(es), agente(s) espesante(s), pigmento(s) de color, carga(s), antioxidante(s), y/o fragancias. En realizaciones ejemplares, la espuma de poliuretano se prepara en ausencia de cualquier catalizador. Al fabricar la espuma de poliuretano, la relación de la cantidad de prepolímero terminado en isocianato a la mezcla acuosa puede variar en un intervalo que depende de la densidad objetivo del polímero resultante y de sus parámetros físicos asociados y/o del contenido de isocianato de la composición. En realizaciones, la espuma de poliuretano es el producto de reacción de una composición que incluye del 20 % en peso al 80 % en peso de un componente acuoso y del 20 % en peso al 80 % en peso de un componente prepolímero terminado en isocianato hidrófilo.

40 Cuando se pretende preparar una espuma hidrófila, típicamente se mezclarán 100 partes en peso del prepolímero terminado en isocianato y se harán reaccionar con de 10 a 500 (por ejemplo, de 50 a 300 y/o de 50 a 150) partes en peso de una fase acuosa. En una realización ejemplar de preparación del prepolímero hidrófilo, el componente prepolímero terminado en isocianato se pone en contacto con la fase acuosa. Por ejemplo, se introduce una disolución del 0,5 al 5 % en peso del tensoactivo en agua (es decir, componente acuoso) a una temperatura de 5°C a 50°C en el prepolímero terminado en isocianato. Luego, la mezcla resultante se dispensa en un molde cerrado, en un molde abierto, o en un área de vertido de línea continua, y se deja reaccionar.

45 Los tensoactivos se pueden elegir para proporcionar una espuma, por ejemplo, de buen aspecto de estructura y tamaño de celda. Los tensoactivos pueden minimizar el colapso y/o las deformaciones de la espuma (tal como la disgregación). Ejemplos de tensoactivos incluyen tensoactivos de silicona de poliéter, tales como los conocidos por los expertos en la técnica. Los tensoactivos pueden estar presentes en la fase acuosa en una cantidad de desde 0,5 a 4,0 (por ejemplo, de 0,7 a 3,0, de 0,8 a 2,0, de 0,9 a 1,5, y/o de 0,9 a 1,2), partes en peso por 100 partes en peso del componente acuoso total que incluye el tensoactivo.

50 La disolución del tensoactivo y del componente acuoso puede incluir o tener añadido a la misma (por ejemplo, antes de añadir el prepolímero terminado en isocianato o después de añadir el prepolímero terminado en isocianato) otro(s) aditivo(s) opcional(es). El(Los) aditivo(s) opcional(es) puede(n) incluir al menos un catalizador, por ejemplo, que se puede añadir en una cantidad para modificar el tiempo de curado del producto de reacción y facilitar la obtención de los atributos físicos deseados de la espuma. Catalizadores adecuados incluyen, por ejemplo, sustancias conocidas en la técnica para promover la reacción de un isocianato con un poliol. Por ejemplo, el catalizador puede incluir un bicarbonato de sodio, una amina terciaria, y/o un compuesto organometálico. Catalizadores ejemplares incluyen n-metil morfolina, n-etil morfolina, trimetilamina, trietilamina, tetrametil butano diamina, trietilendiamina, dimetilaminoetanolamina, bencilidimetilamina, dilaurato de dibutil estaño, y octoato de estaño. Otros aditivos

opcionales incluyen cargas, materiales de cambio de fase, fibras, textiles, aceites grasos, agentes reticulantes, y/o aditivos funcionales, que pueden estar presentes (por ejemplo, en el componente reactivo de prepolímero) cuando se buscan propiedades físicas modificadas. Las cargas pueden incluir materiales naturales y/o sintéticos. Cargas ejemplares incluyen materiales a base de madera, materiales a base de corcho, materiales a base de silicatos, materiales a base de vidrio, y materiales a base de minerales. Otros aditivos opcionales presentes pueden ser fragancias, perfumes, y/u otras sustancias que pueden ser detectadas por el olor.

Los agentes espesantes pueden estar presentes cuando se desea controlar la viscosidad de la fase acuosa y facilitar el transporte y la distribución de, por ejemplo, cargas o fibras. Ejemplos de cargas típicas incluyen arcillas, tierra de diatomeas, carbonato de calcio, y fibras minerales tales como la wollastonita; látex acuosos como por ejemplo un estireno-butadieno. Ejemplos de agentes espesantes son productos naturales tales como gomas xantano, o agentes químicos tales como polímeros de poliacrilamida y geles vendidos por The Dow Chemical Company. Otros aditivos que pueden estar presentes incluyen agentes de ayuda a la mezcla y notablemente emulsionantes. El componente acuoso se puede usar para introducir otras sustancias, tales como aceites grasos y aditivos funcionales, además de las fibras y cargas, cuando se desee modificar las propiedades físicas del polímero resultante.

Según una realización ejemplar, el poliuretano de uso para aplicación de confort, por ejemplo, para formar una composición formadora de espuma refrigerante para su uso como una capa de poliuretano en materiales tales como espumas de poliuretano viscoelásticas (tales como colchones y almohadas a base de espuma viscoelástica) y/o para su uso como una capa de espuma de poliuretano en una superficie de materiales tales como espumas de poliuretano viscoelásticas. La espuma refrigerante también se puede incluir en la superficie como inserciones en la almohada, en el cubrecolchón, o en el colchón.

Todas las partes y porcentajes en la presente invención son en peso, a menos que se indique lo contrario. Todas las descripciones de peso molecular se basan en un peso molecular promedio en número, a menos que se indique lo contrario

Ejemplos

Se usan principalmente los siguientes materiales:

Prepolímero 1 de MDI

Prepolímero 1 de MDI Un diisocianato de difenilmetano (MDI, por sus siglas en inglés) a base de prepolímero con un contenido de resto de isocianato (NCO) promedio objetivo del 7 % en peso y un contenido de OE general calculado como un 62 % en peso (basado en el peso total de la formulación), que se prepara según la formulación aproximada de la Tabla 1, mostrada a continuación:

Tabla 1

	Formulación del Prepolímero 1 (% en peso)
ISONATE™ 125M	21
ISONATE™ 50 O,P	14
CARBOWAX™ PEG 1000	52
VORANOL™ CP-1421	13
Cloruro de benzoilo	< 0,01

ISONATE™ 125M Una mezcla a base de MDI (por sus siglas en inglés) que incluye en promedio un 98 % en peso de diisocianato de 4,4'-difenilmetano y un 2 % de diisocianato de 2,4'-difenilmetano y con un contenido promedio de NCO del 33,5 % (disponible de The Dow Chemical Company).

ISONATE™ 50 O,P Una mezcla a base de MDI (por sus siglas en inglés) que incluye en promedio un 50 % en peso de diisocianato de 4,4'-difenilmetano y un 50 % en peso de diisocianato de 2,4'-difenilmetano y con un contenido promedio de NCO del 33,5 % en peso (disponible de The Dow Chemical Company).

CARBOWAX™ PEG 1000 Un polietilenglicol (PEG, por sus siglas en inglés), con una funcionalidad de hidroxilo nominal promedio de 2 y un peso molecular promedio en número de aproximadamente 1.000 g/mol (disponible de The Dow Chemical Company).

ES 2 711 772 T3

VORANOL™ CP-1421 Un poliol de polioxietileno/polioxipropileno iniciado con glicerol, con una funcionalidad hidroxilo nominal promedio de 3, un índice de hidroxilo promedio de 33 KOH/g, un contenido promedio de polioxietileno del 75 % en peso, y un peso molecular promedio en número de aproximadamente 5.000 g/mol (disponible de The Dow Chemical Company).

5 Cloruro de benzoilo Una disolución del 99 % en peso de cloruro de benzoilo (disponible de Sigma-Aldrich).

El Prepolímero 1 de MDI (por sus siglas en inglés) con un contenido promedio de NCO objetivo del 7 % en peso se prepara según la Tabla 1, anterior. El contenido de NCO se mide según la norma ASTM D5155.

10 Con respecto a la Formulación del Prepolímero 1, las cantidades requeridas de CARBOWAX™ PEG 1000 y de VORANOL™ CP-1421, según la Tabla 1, anterior, se añaden a un reactor para formar una primera mezcla que se calienta a 80°C con agitación continua y purga de nitrógeno durante la noche. Luego, una vez que se mide el contenido del agua para asegurarse que es menor de 250 ppm, se añade cloruro de benzoilo a la primera mezcla para formar una segunda mezcla. Después de eso, la segunda mezcla se agita durante 15 min. Además, se añaden ISONATE™ 125M e ISONATE™ 50 O,P a un matraz de cuatro bocas para formar una tercera mezcla, que se calienta a 55°C. A 15 continuación, la segunda mezcla se añade a la tercera mezcla, y la mezcla resultante se calienta a 75°C y se mantiene a esa temperatura durante tres horas. Después de eso, se reduce la temperatura de la mezcla resultante a menos de 60°C, y se dispensa prepolímero en una botella de vidrio.

Prepolímero A de MDI

20 Prepolímero A de MDI Un prepolímero a base de diisocianato de difenilmetano (MDI, por sus siglas en inglés) con un contenido de isocianato del 6,5 % y un contenido de EO total calculado como un 37,5 % en peso (basado en el peso total de la formulación), que se prepara según la formulación aproximada de la Tabla 2, mostrada a continuación:

Tabla 2

	Formulación Prepolímero 1 (% en peso)
ISONATE™ 125M	21,14
ISONATE™ 50 O,P	5,28
UCON™ PCL-270	51,51
DNC 779,01	22,07
Cloruro de benzoilo	< 0,01

25 ISONATE™ 125M Una mezcla a base de MDI (por sus siglas en inglés) que incluye en promedio un 98 % en peso de diisocianato de 4,4'-difenilmetano y un 2 % de diisocianato de 2,4'-difenilmetano y con un contenido promedio de NCO del 33,5 % (disponible de The Dow Chemical Company).

30 ISONATE™ 50 O,P Una mezcla a base de MDI (por sus siglas en inglés) que incluye en promedio un 50 % en peso de diisocianato de 4,4'-difenilmetano y un 50 % en peso de diisocianato de 2,4'-difenilmetano y con un contenido promedio de NCO del 33,5 % en peso (disponible de The Dow Chemical Company).

35 UCON™ PCL-270 Un poliol lubricante de un polialquilenglicol éter monobutílico, con una funcionalidad hidroxilo nominal promedio de 2, un contenido promedio de polioxietileno del 65 % en peso, y un peso molecular promedio en número de aproximadamente 2.600 g/mol (disponible de The Dow Chemical Company).

DNC 779.01 Un poliol de polioxietileno/polioxipropileno iniciado con Bis-3-aminopropilmetilamina, con una funcionalidad hidroxilo nominal promedio de 4, un contenido promedio de polioxietileno del 17,5 % en peso, y un peso molecular promedio en número de aproximadamente 6.800 g/mol (disponible de The Dow Chemical Company).

40 Cloruro de benzoilo Una disolución del 99 % en peso de cloruro de benzoilo (disponible de Sigma-Aldrich).

El prepolímero A de MDI (por sus siglas en inglés) con un contenido promedio de NCO objetivo del 6,5 % en peso se prepara según la Tabla 2, anterior. El contenido de NCO se verifica según la norma ASTM D5155.

Con respecto a la Formulación del Prepolímero 1, la cantidad requerida del poliol UCON™ PCL-270 y del poliol DNC

779.01, según la Tabla 2, anterior, se añade a un reactor para formar una primera mezcla que se calienta a 80°C con agitación continua y purga de nitrógeno durante la noche. Luego, la segunda mezcla se agita durante 15 min. A continuación, se añaden ISONATE™ 125M e ISONATE™ 50 O,P a un matraz de cuatro bocas para formar una tercera mezcla, que se calienta a 55°C. A continuación, la segunda mezcla se añade a la tercera mezcla, y la mezcla resultante se calienta a 75°C y se mantiene a esa temperatura durante tres horas. Después de eso, se reduce la temperatura de la mezcla resultante a menos de 60°C, y se dispensa el prepolímero en una botella de vidrio.

Formulación comparativa

Formulación comparativa Una composición que tiene un contenido de EO total calculado como aproximadamente el 3 % en peso (basado en el peso total de la formulación), que se prepara según la formulación aproximada de la Tabla 3, mostrada a continuación:

Tabla 3

		Formulación Comparativa (% en peso)
Componente de Isocianato	MDI	27,0
	TDI	3,0
Poliolos en el Componente Reactivo con el Isocianato	VORANOL™ 3150	48,1
	VORANOL™ 3136	7,1
	VORANOL™ 4053	1,6
	VORALUX™ HL431	8,0
Aditivos en el Componente Reactivo con el Isocianato	DP 1022	0,3
	ICL Fyrol FR-2	2,8
	NIAX® L-618	0,6
	Dabco® 33 LV	0,1
	Dabco® BL-11	0,1
	Dabco® T-9	< 0,1
	Agua	1,4

MDI Una mezcla a base de MDI (por sus siglas en inglés) que contiene altas cantidades de isómeros monoméricos del diisocianato de difenilmetileno (MMDI, por sus siglas en inglés) con una funcionalidad promedio de NCO de desde 2,2-2,3.

TDI Un diisocianato de tolueno (TDI, por sus siglas en inglés) que incluye una mezcla de los isómeros 2,4 y 2,6 de TDI (por sus siglas en inglés) en una relación del 80 % en peso al 20 % en peso (disponible de The Dow Chemical Company como VORANATE™ T-80).

VORANOL™ 3150 Un triol de polioxipropileno, con un peso molecular equivalente en número de aproximadamente 336 g/mol equivalente (disponible de The Dow Chemical Company).

VORANOL™ 3136 Un triol de polioxietileno/polioxipropileno, con un contenido de EO de aproximadamente el 11 % en peso y un peso molecular equivalente en número de aproximadamente 1.030 g/mol equivalente (disponible de The Dow Chemical Company).

VORANOL™ 4053 Un polioliol de polioxietileno/polioxipropileno, con una funcionalidad hidroxilo de aproximadamente 6,9, un contenido de EO de aproximadamente el 75 % en peso, y un peso molecular equivalente en número de aproximadamente 1.795 g/mol equivalente (disponible de The Dow Chemical Company).

VORALUX™ HL 431 Un polioliol de poliéter injertado que contiene estireno y acrilonitrilo copolimerizados, con una funcionalidad hidroxilo de aproximadamente 3, un peso molecular equivalente en número de aproximadamente 1.810 g/mol equivalente, y un contenido de OE de aproximadamente el 7,0 % en peso (disponible de The Dow Chemical Company).

ES 2 711 772 T3

DP 1022	Un aditivo polifuncional reactivo (disponible de Momentive).
ICL Fyrol FR-2	Un retardante de llama de tris(1,3-dicloro-2-propil) fosfato (disponible de TRI-ISO).
NIAX® L-618	Un copolímero de polialquilenoxidemetil siloxano (disponible de Momentive).
Dabco® 33 LV	Un catalizador de amina terciaria (disponible de Air Productos).
5 Dabco® BL-11	Un catalizador de amina terciaria (disponible de Air Productos).
Dabco® T-9	Un catalizador de estaño (disponible de Air Productos).

Preparación de ejemplos de espuma

10 Las muestras de espumas se preparan usando el Prepolímero 1 de MDI (por sus siglas en inglés) y el Prepolímero A de MDI (por sus siglas en inglés) según la siguiente formulación de la Tabla 4, mostrada a continuación:

Tabla 4

	Ejemplo 1 (% en peso)	Ejemplo A (% en peso)
Prepolímero 1 de MDI	50	--
Prepolímero A de MDI	--	50
Agua	49	49
Tensoactivo	1	1

El tensoactivo es Silwet® L-7605, un tensoactivo de silicona de poliéter disponible de Momentive Performance Materials.

15 Las muestras de espuma del Ejemplo 1 y del Ejemplo A se preparan añadiendo el Componente-A (Prepolímero 1 o A de MDI) y el Componente-B (disolución al 1 % en peso del tensoactivo en 49 % en peso en agua) a un recipiente de mezcla en la relación de 1:1 (relación prepolímero:componente acuoso). Los componentes se mezclan usando un mezclador de velocidad de escala de laboratorio durante 20 segundos a 2.000 rpm y temperatura ambiente. La mezcla de reacción se vierte en un molde forrado con una lámina de polietileno. Una vez que se completa la formación de la espuma, se deja curar la espuma durante la noche bajo una campana de extracción. Se descartan las capas de piel de las espumas, y se caracteriza el resto de la muestra. La espuma se acondiciona durante al menos 24 horas antes de la prueba.

25 Se prepara una muestra de espuma del Ejemplo B, la Formulación Comparativa, por espumación en una caja usando una caja de madera de 38 cm x 38 cm x 24 cm (o aproximadamente 15" x 15" x 9,5") forrada con un revestimiento de película de plástico delgada. Se usa un mezclador de alta cizalla (4 palas en cada una de las cuatro direcciones que se extienden radialmente) a alta velocidad de rotación para mezclar los componentes en un recipiente de 3,76 litros (1 galón americano) a temperatura ambiente. La masa total de la formulación fue de 2,5 kg para formulaciones de espuma viscoelástica a ~1,3 pphp de agua. El componente reactivo de isocianato, con la excepción del catalizador de estaño, se mezcla primero durante 15 segundos (2.400 rpm). Luego, se añade el catalizador de estaño, e inmediatamente se mezcla durante otros 15 segundos (2.400 rpm). A continuación, se añade el componente de isocianato a la mezcla e inmediatamente se mezcla durante otros 4 segundos (3.000 rpm). Luego, la totalidad de la mezcla se vierte en la caja forrada con la película de plástico. Una vez que se completa la formación de la espuma, se deja curar la espuma durante la noche bajo una campana de extracción. Se descartan las capas de piel de las espumas, y se caracteriza el resto de la muestra. La espuma se deja curar durante al menos 24 horas antes de la prueba.

Evaluación de los Ejemplos

Los Ejemplos 1, A, y B se evalúan para las siguientes propiedades aproximadas:

40

Tabla 5

	Densidad kg/m ³ (lb/pie ³)	Captación de agua (% en peso)	Flujo de aire m ³ /h (pie ³ /mi n)	Conductividad térmica W/m·°K (Btu·pulgada/h·pie ² ·° F)	Conductividad térmica W/m·°K	Resistencia al desgarro Nm (lb/pulgada)	Calor específico J/g·°C	Temperatura superficie °C
Ej. 1	108,9 (6,8)	500	2,2 (1,3)	0,095 (0,66)	0,095	1.050,7 (6,0)	3,0	22,5
Ej. A	137,8 (8,6)	174	1,4 (0,8)	0,043 (0,30)	0,043	455,3 (2,6)	1,63	24,0
Ej. B	64,1 (4,0)	40	0,3 (0,2)	0,037 (0,26)	0,037	140,1 (0,8)	2,0	24,5

* N/A: No disponible

La densidad se mide según la norma ASTM D3574.

5 La captación de agua se mide en las muestras de espuma secas/acondicionadas que se cortan en trozos de 5,1 x 5,1 x 2,5 cm (2 x 2 x 1 pulgadas). El peso de las muestras de espuma se mide antes y después de la inmersión en agua durante un minuto. El peso de la muestra de espuma húmeda se mide después de secado en bandeja durante 30 segundos. En particular, la captación de agua se mide usando la siguiente fórmula:

$$\text{Captación de agua \%} = \frac{\text{Peso Seco en bandeja} - \text{Peso Seco}}{\text{Peso Seco}}$$

10 La conductividad térmica se mide como la cantidad de calor transmitido en BTU por pie y hora a través de un espesor en una dirección normal a una superficie de unidad de área, debido a un gradiente unitario de temperatura en condiciones de estado estacionario (por ejemplo, Btu·pulgada/h·pie²·°F o W/(m·°K)). La conversión de [Btu·pulgada/h·pie²·°F] a [W/(m·°K)] se entenderá por un experto en la técnica (por ejemplo, como un factor de multiplicación de aproximadamente 0,144). Las mediciones de la conductividad térmica se realizan usando un Medidor de Flujo de Calor de LaserComp, sobre la base de la Ley de Fourier, también conocida como la Ley de Conducción de Calor. Las mediciones se realizan colocando una muestra de espuma entre dos placas planas isotérmicas, que se mantienen a dos temperaturas diferentes (dT). Normalmente, una placa se denomina como la "placa caliente" y la otra placa se denomina como la "placa fría". Las mediciones del flujo de calor se realizan a una temperatura de prueba promedio de 23,9°C (75°F) y a diferenciales de temperatura de prueba de 4,4°C (40°F). Los medidores de Flujo de Calor de LaserComp miden el flujo de calor en una sola dirección, por lo que la Ley de Fourier se puede establecer de manera sencilla de la siguiente manera:

$$q = -\lambda (dT/dx) \text{ o } \lambda = -q (dx/dT)$$

donde: q = flujo de calor (W/m² o BTU/pie²); λ = conductividad térmica (W/m·K o BTU/h·pie·F); y dT/dx = gradiente de temperatura en la dirección x (K/m o F/pie).

25 La resistencia al desgarro de las muestras secas se mide según la norma ASTM D3574, Prueba F en muestras de espuma cortada de las siguientes dimensiones: 15,2 x 2,5 cm x 2,5 cm de ancho / 3,8 cm de hendedura (6 x 1 x 1" w /1,5 pulgadas de hendedura), con velocidad de desplazamiento de la cruceta de 500 mm/min (20 pulgadas/min). Se registraron cuatro muestras para cada muestra, y el valor informado es un valor promedio.

30 El calor específico se mide como la cantidad de calor en Julios por gramo del material requerido para elevar la temperatura del material en un grado Celsius. Las mediciones del calor específico se realizan usando un DSC (por sus siglas en inglés) Q2000 de la Serie-0205, disponible de TA Instruments. Tanto las pruebas del zafiro como las de las muestras se realizan en modo isotérmico durante 10,00 min (modo del DSC modulado). Una vez que se analizan las muestras, se multiplica el factor corregido para el zafiro por el valor de cada muestra de espuma para proporcionar una medición de la capacidad térmica. Como se entenderá por un experto en la técnica, KCp = Cp del zafiro conocido/Cp del zafiro observado. El zafiro conocido a 25°C es 0,7729 J/(g).

35 La temperatura de la superficie de las muestras de espuma se mide después de exponer la muestra a 24 horas a temperatura ambiente, usando un termómetro infrarrojo de mano de Raytek Raynger.

REIVINDICACIONES

1. Una espuma de poliuretano para aplicaciones de confort, que comprende:

5 el producto de reacción de una primera composición que incluye del 20 % en peso al 80 % en peso de un componente acuoso y del 20 % en peso al 80 % en peso de un componente prepolímero terminado en isocianato hidrófilo, en donde:

el componente acuoso incluye al menos el 90 % en peso de agua basado en el peso total del componente acuoso, y

10 el componente prepolímero terminado en isocianato hidrófilo tiene un contenido de NCO libre del 1 % en peso al 15 % en peso y es un producto de reacción de una segunda composición que incluye un componente de isocianato y un componente reactivo de isocianato, incluyendo el componente de isocianato al menos el 90 % de diisocianato de metilendifenilo (MDI, por sus siglas en inglés) y una relación en peso del isómero 4,4'-metilendifenilisocianato a isómero 2,4'-metilendifenilisocianato mayor de 1:1 y menor de 10:1, incluyendo el componente reactivo de isocianato polietilenglicol y un polioli de polioxipropileno-polioxietileno con un peso molecular promedio en número de desde 3.000 g/mol a 7.500 g/mol y un contenido de polioxietileno de al menos el 50 % en peso, y teniendo el componente prepolímero terminado en isocianato hidrófilo un contenido de polioxietileno del 45 % en peso al 75 % en peso, basado en el peso total de la segunda composición.

2. La espuma de poliuretano como se reivindica en la reivindicación 1, en donde el polietilenglicol es el componente principal en la segunda composición.

3. La espuma de poliuretano como se reivindica en la reivindicación 2, en donde la segunda composición incluye del 40 % en peso al 65 % en peso de polietilenglicol, basado en el peso total de la segunda composición.

4. La espuma de poliuretano como se reivindica en la reivindicación 3, en donde el polietilenglicol tiene un peso molecular promedio en número de 500 g/mol a 2.000 g/mol.

5. La espuma de poliuretano como se reivindica en la reivindicación 4, en donde el polioli de polioxipropileno-polioxietileno representa del 5 % en peso al 25 % en peso del peso total de la segunda composición.

25 6. Una almohada que incluye una capa formada por la espuma de poliuretano como se reivindica en la reivindicación 5, en donde la capa tiene una densidad de 64,1 kg/m³ a 144,2 kg/m³ (de 4,0 lb/pie³ a 9,0 lb/pie³), una captación de agua del 300 % al 700 % basada en el cambio en peso después de la inmersión en agua durante un minuto a temperatura ambiente, y un flujo de aire de 2,5 m³/h a 5,9 m³/h (de 1,5 a 3,5 pie³/min), en donde la densidad se mide según la norma ASTM D3574 y la captación de agua se determina usando la fórmula: Captación de agua % = $\frac{\text{Peso Seco en bandeja} - \text{Peso Seco}}{\text{Peso Seco}}$, donde $\text{Peso Seco en bandeja}$ se mide después del secado en bandeja durante 30 segundos.

30 7. Un colchón que incluye una capa formada por la espuma de poliuretano como se reivindica en la reivindicación 5, en donde la capa tiene una densidad de 64,1 kg/m³ a 144,2 kg/m³ (4,0 lb/pie³ a 9,0 lb/pie³), una captación de agua del 300 % al 700 % basada en el cambio en peso después de la inmersión en agua durante un minuto a temperatura ambiente, y un flujo de aire de 2,5 m³/h a 5,9 m³/h (1,5 a 3,5 pie³/min), en donde la densidad se mide según la norma ASTM D3574 y la captación de agua se determina usando la fórmula: Captación de agua % = $\frac{\text{Peso Seco en bandeja} - \text{Peso Seco}}{\text{Peso Seco}}$, donde $\text{Peso Seco en bandeja}$ se mide después del secado en bandeja durante 30 segundos.

8. Un producto de espuma viscoelástica que incluye la espuma de poliuretano como se reivindica en la reivindicación 1.

40 9. Una almohada que incluye una capa formada por la espuma de poliuretano como se reivindica en la reivindicación 1, en donde la capa tiene una densidad de 64,1 kg/m³ a 144,2 kg/m³ (de 4,0 lb/pie³ a 9,0 lb/pie³), una captación de agua del 300 % al 700 % basada en el cambio en peso después de la inmersión en agua durante un minuto a temperatura ambiente, y un flujo de aire de 2,5 m³/h a 5,9 m³/h (de 1,5 a 3,5 pie³/min), en donde la densidad se mide según la norma ASTM D3574 y la captación de agua se determina usando la fórmula: Captación de agua % = $\frac{\text{Peso Seco en bandeja} - \text{Peso Seco}}{\text{Peso Seco}}$, donde $\text{Peso Seco en bandeja}$ se mide después del secado en bandeja durante 30 segundos.

45 10. Un colchón que incluye una capa formada por la espuma de poliuretano como se reivindica en la reivindicación 1, en donde la capa tiene una densidad de 64,1 kg/m³ a 144,2 kg/m³ (de 4,0 lb/pie³ a 9,0 lb/pie³), una captación de agua del 300 % al 700 % basada en el cambio en peso después de la inmersión en agua durante un minuto a temperatura ambiente, y un flujo de aire de 2,5 m³/h a 5,9 m³/h (de 1,5 a 3,5 pie³/min) en donde la densidad se mide según la norma ASTM D3574 y la captación de agua se determina usando la fórmula: Captación de agua % = $\frac{\text{Peso Seco en bandeja} - \text{Peso Seco}}{\text{Peso Seco}}$, donde $\text{Peso Seco en bandeja}$ se mide después del secado en bandeja durante 30 segundos.